

マルチショット・パイロライザー
MODEL EGA/PY-3030D
取扱説明書



フロンティア・ラボ 株式会社

www.frontier-lab.com

ご使用の前に

1. フロンティア・ラボ製マルチショット・パイロライザーをお買い上げ頂きまして、誠にありがとうございます。
本装置の性能を十分に発揮させるために、ご使用前に本取扱説明書をお読みください。
2. この取扱説明書は、マルチショット・パイロライザーにおける一般的な事項、装置の操作、メンテナンス、故障診断、その他関連項目を記載しております。実際のご使用には、関連する弊社製品、ならびに各社の GC や GC/MS の取扱説明書も併せてご参照ください。

製品保証規定

フロンティア・ラボは、弊社製品の故障・不具合について、別紙の製品保証規定に従い保証します。製品保証規定は、弊社ホームページからもご覧いただけます。

製品のサポート期限についてのご案内

弊社製品の消耗部品、保守部品の供給ならびに点検・修理などのサポート期限は、原則として、製品の販売終了後 7 年間となっております。但し、部品の製造メーカーから購入している電子部品等については、これらのメーカーの製造中止後の対応ならびに弊社で確保した在庫の変動などにより製品の販売終了後 7 年以内であっても保守部品の供給ができなくなる場合があります。

安全な取り扱いについて

本製品を正しく安全に取り扱うため、本製品の操作にあたっては本書の安全注意事項を必ずお守りください。本書で指定していない方法で使用した場合は、本製品の保護機能が損なわれることがあります。なお、これらの注意に反した使用により生じた障害については、フロンティア・ラボ株式会社は一切の責任を負いかねます。

警告表示の分類

本取扱説明書および製品には、以下の警告や注意の表示(又はラベル)が貼付されています。これらの表示がある場合に誤った取り扱いをすると、身体および製品に重大な危険を生ずる可能性がある事を示しています。

警告や注意の表示は以下のように使い分けています。これらの表示の内容をよく理解し、指示を守ってください。



警告

この表示を無視して誤った取り扱いをすると、使用者が死亡又は重症を負う可能性があると思われる事項を示しています。



注意

この表示を無視して誤った取り扱いをすると、使用者が障害を負うことが想定される内容、および物的損害の発生が想定される事項を示しています。



高温注意

この表示を無視して誤った取り扱いをすると、使用者が火傷などの障害を負うことが想定される事を示しています。

その他、取扱い上重要な情報は で囲って表示します。



警告

感電する危険があります。温度コントローラーのカバーは、弊社が認定するサービスエンジニア以外は取り外さないでください。



警告

電源プラグや装置間を接続するケーブルの接続部分に埃や塵が付着している場合は接続部をはずして（電源ケーブルはプラグを電源から抜いて）付着した埃を取り除いてください。この場合水や溶剤は使用しないで、乾いた布やブラシを使用してください。埃が付着したままでは火災の原因になります。



警告

本装置では、加熱炉冷却用のガスとして圧縮空気又は窒素ガスを使用します。窒素ガスを使用する場合は、十分な換気ができることを確認してください。換気の悪い閉所で使用すると窒息する危険があります。



注意

分析試料にベンゼン、トルエン、アセトンなど、消防法に定める危険物第4類、第一石油類の引火性溶媒などを使用している場合は、ドラフト内などの換気の良い場所で且つガスバーナーの裸火など、引火の恐れがある火気がない場所で、試料を試料カップに採取してください。



注意

パイロライザーの本体には、先端が鋭利なインターフェースニードルが使用されています。保守などの目的でインターフェースニードルの交換を行う場合は、必ず保護具（手袋、安全めがね等）を装着して作業を行ってください。



注意

装置の取り付け取り外しを行う場合は本体加熱部温度を 50℃ 以下まで下げて、温度コントローラーの電源を切り、電源ケーブルを抜いてから作業を行ってください。



パイロライザーの本体には、石英製の熱分解管が使用されています。この部品が破損した場合はその破損部は非常に鋭利になっています。保守などの目的で石英熱分解管の交換を行う場合は、必ず保護具（手袋、安全めがね等）を装着して作業を行ってください。



火傷する危険があります。
パイロライザー本体の保護カバーは必ず装着して使用してください。保護カバーを取り外すときは加熱炉温度が 100℃ 以下に下がっていることを確認してください。

加熱炉温度を 900℃ 以上で使用する場合の注意事項

加熱炉温度を 900℃ 以上で長時間使用することは、ヒーター寿命を短くする可能性があります。900℃ 以上での連続使用は概ね 20 分程度を目安としてください。長時間 900℃ 以上で連続使用する場合は、弊社（cs@frontier-lab.com）にお問合せ下さい。

また、本製品を使用しないで待機状態にしておく場合は加熱炉温度を 200～300℃ 以下にしておくことをお勧めします。これによりヒーター寿命は長くなります。

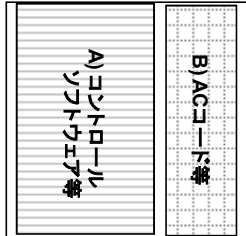
マルチショット・パイロライザー付属品リスト



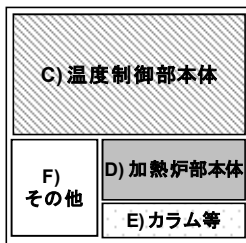
EGA/PY-3030D 梱包内容物確認リスト

本製品のパッケージには、次のものが同梱されています。ご使用になる前に、すべて揃っていることをご確認ください。万一梱包内容物確認リストと中身が異なっていたり、欠品あるいは損傷があった場合は、お手数ですが弊社代理店又は弊社までご連絡下さい。

※ 梱包を真上から見た状態



(上段)



(下段)

A) 梱包内容: ☐

A1)



CD-ROM (1枚) ☐
(制御ソフトウェア、取扱説明書(PDF)など)

検査成績書 ☐

カタログ ☐

B) 梱包内容: ☐

B1)

ACコード (1本)
(Re-order: PY1-7023、1本)



電源ケーブル用ノイズフィルタ (1個)
(Re-order: PY1-6034、1個)

B2)



ダブルショットサンプラー 用置台 (1個)
(Re-order: PY1-2022)

B3)



加熱炉パージガス抵抗管B (1本)
(Re-order: PY1-7618)

C) 梱包内容: ☐

C1)

温度制御部本体 (1台)



D) 梱包内容: ☐

D1) 加熱炉部本体 (1式) ☐



液体試料注入用
サンプラー (1個)
(Re-order: PY1-1030、1個)

PY保管用
スタンド30A (1個)
(Re-order: PY1-3631、1個)

D2)



ヒーターセンサーケーブル (1本)

E) 梱包内容: ☐

E1)



システムチェック用カラム (1本)
(Re-order: UA5-30M-0.25F)



発生ガス分析用キャピラリーチューブ (1本)
(Re-order: UADTM-2.5N、1本)

F) 梱包内容: ☐

F1)



冷却ガス接続チューブ
(1.5m、ワンタッチコネクター
1/8Swagelokメス付、1本
Re-order: PY1-7801、1本)

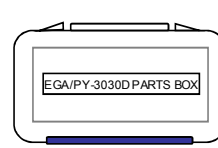


ナイロンチューブ (抵抗管付)
(1.5m、抵抗管付、1本
Re-order: PY1-7613、1本)



USBケーブル
(2m、A型オス-B型オス、1本
Re-order: PY1-7805、1本)
USBケーブル固定金具
(Re-order: PY1-3751、1個)

F2)



EGA/PY-3030D パーツボックス

- ☐ エコスティック SF (10本)
(Re-order: PYI-ES10F, 50本)



- ☐ エコスティック DF (10本)
(Re-order: PYI-ES20F, 50本)



- ☐ 石英熱分解管M30 (2本)
(Re-order: PYI-30ISM, 1本)



- ☐ 3030 工具セットB (1セット)
(Re-order: PYI-1E31, 1セット)

ピンセット (1本)

スリナ 10-12mm (1本)

六角ドライバー (各1本)

2.0mm

- ☐ 予備 六角穴付き
フランジボルト (5個)
(M3x6, 保管用スタンド30A用)



- ☐ セブタム
(液体試料サンプラー用, 5個)
(Re-order: PYI-2025, 20個)



- ☐ グラファイトベスベルフェラル
(内径 6mm, 3個)
(Re-order: PYI-7911, 5個)



- ☐ エコスチックAL (5個)
(Re-order: PYI-EH10AL, 5個)



- ☐ ダブルショットサンプラー (1本)
(Re-order: PYI-1000, 1本)



- ☐ 予備 キャップネジ (5個)
(M3x2.5, サンプラーベース、ITFカバー用)



- ☐ エコカップSF (20個)
(Re-order: PYI-EC50F, 100個)



- ☐ 性能評価用標準試料
(ポリスチレン 2.5mg/瓶, 1個)
(Re-order: PYI-4908, 1個)

使用前に、0.5mlのジクロロメタン、トルエン
又はベンゼンで溶かしてください。

- ☐ 水準器 (1個)
(Re-order: PYI-7131, 1個)



- ☐ オーリングP-6W (10個)
(Re-order: PYI-2017, 20個)



- ☐ ITFユニオン組 (A+B, 1セット)
(Re-order: PYI-3515, 1セット)



ITFユニオン (A+B) を含む、1個
(Re-order: PYI-3513, 1個)

ITF ニードル (A+B, 2本)
(Re-order: PYI-1274, 3本)

- ☐ エコピックアップF (5本)
(Re-order: PYI-EP55F, 5本)



- ☐ エコカップLF (20個)
(Re-order: PYI-EC80F, 100個)



目次

ご使用の前に	A-2
製品保証規定	A-2
製品のサポート期限についてのご案内	A-2
安全な取り扱いについて	A-3
付属品リスト	A-6
目次	A-8
第1章 マルチショット・パイロライザーについて	1-1
1.1 その開発背景	1-1
1.2 EGA/PY-3030D の特徴	1-2
1.3 周辺装置との組み合わせ	1-3
1.4 マルチショット・パイロライザー加熱炉の構造	1-4
第2章 仕様	2-1
第3章 据付け	3-1
3.1 据付け前の準備	3-1
3.1.1 準備品の確認	3-1
3.1.2 MS のポンプダウン（据え付け作業時間の短縮のために）	3-2
3.2 キャリヤーガス配管変更	3-2
3.3 GC 注入口の準備	3-3
3.3.1 GC 注入口のセプタムナットの交換	3-3
3.3.2 セプタムの交換	3-3
3.3.3 注入口ライナーについて	3-3
3.4 加熱炉の準備	3-3
3.4.1 加熱炉への石英熱分解管の取り付け	3-3
3.4.2 インターフェースユニオンとニードルの取り付け	3-3
3.4.3 GC への加熱炉の装着	3-3
3.5 温度コントローラーの設置	3-4
3.5.1 電源の接続	3-4
3.5.2 制御用 PC との接続	3-4
3.5.3 リモート信号ケーブルの接続	3-4
3.6 冷却用ガスの接続	3-4
3.6.1 使用する冷却用ガスについて	3-4
3.6.2 温度コントローラーと加熱炉への接続	3-4
3.6.3 水槽用簡易ポンプの接続	3-5
3.7 加熱炉パージガスの接続	3-6
3.7.1 加熱炉パージガスチューブと窒素ガス配管の接続	3-6
3.8 周辺装置の接続	3-7
3.8.1 オートショット・サンプラー（AS-1020E）の接続	3-7
3.8.2 その他の周辺装置の接続	3-7
3.9 制御ソフトウェアのインストール	3-8
3.9.1 USB-シリアル通信のデバイスドライバのインストール	3-8
3.9.2 制御ソフトウェアのインストール	3-9
3.9.3 COM ポートの設定	3-9
3.10 各部の名称と機能	3-11
3.10.1 加熱炉部	3-11
3.10.2 温度コントローラー部	3-12

第4章	EGA/PY-3030D コントロールソフトの操作方法	4-1
4.1	起動方法と画面の構成	4-1
4.1.1	起動方法	4-1
4.1.2	画面の構成	4-2
4.2	分析を始める前に	4-4
4.2.1	熱分解装置周辺装置の設定	4-4
4.2.2	インターフェース温度の設定	4-6
4.3	各分析モードにおける条件設定と操作例	4-7
4.3.1	Single-Shot Analysis における設定と操作手順	4-7
4.3.2	Double-Shot Analysis における設定と操作手順	4-9
4.3.3	Direct EGA Analysis における設定と操作手順	4-12
4.3.4	Heart-Cut EGA Analysis における設定と操作手順	4-14
4.4	その他の機能について	4-17
4.4.1	設定条件の保存と読み出し	4-17
4.4.2	加熱炉の温度補正と各種設定	4-17
4.4.3	設定条件の印刷	4-20
4.4.4	Py Conditioning Table による熱分解炉温度のタイマー設定	4-20
第5章	4 つの分析方法および測定試料採取法	5-1
5.1	シングルショット法の分析例	5-1
5.2	発生ガス分析（EGA）法による分析例	5-3
5.3	ダブルショット法の分析例	5-5
5.4	ハートカット EGA 法の分析例	5-7
5.5	測定試料の採取法	5-9
5.6	エコカップ・エコスティックの選択方法	5-11
第6章	メンテナンス	6-1
6.1	日常のメンテナンス	6-1
6.1.1	試料カップ（エコカップ F）の清浄化	6-1
6.1.2	石英熱分解管の交換と清浄化	6-3
6.1.3	インターフェースニードル	6-7
6.1.4	GC 注入口部	6-8
6.2	定期メンテナンス	6-9
6.2.1	熱分解加熱炉部	6-9
6.2.2	GC 注入口部	6-10
6.2.3	温度制御器部	6-10
6.2.4	長期間使用しない場合	6-10
6.2.5	推奨交換部品リスト	6-11
6.2.6	保守点検のお勧め	6-12
第7章	トラブルシューティング	7-1
7.1	熱分解加熱炉部	7-1
7.2	温度コントローラー部	7-3
7.3	トラブルシューティングの代表例	7-4
7.4	制御ソフトウェアからのエラー表示一覧	7-6
第8章	基本性能の保証	8-1
消耗部品リスト		Appendix-1, 2
パイロライザーの主要消耗部品		Appendix-3
オプション製品一覧		Appendix-4

第1章 マルチショット・パイロライザーについて

1.1 開発背景

熱分解ガスクロマトグラフィー（PY-GC）分析法は、不溶性材料や複合材料を極微量の試料量で、通常何の処理もせずに分析でき、他の手法では得難い独特の情報が得られることから、ポリマー・キャラクタリゼーションにおいて、近年多用化されるようになってきました。しかしながら、この手法の問題点は、観測されるパイログラムの再現性や熱分解で生じた極性成分の吸着と高沸点成分の凝縮に伴う各種の問題がありました。

そこで弊社は、これらの問題を解決するために、柘植新 名古屋大学名誉教授考案による“試料を入れた微小カップを、室温に保持した状態で、重力を利用して自由落下により小型縦型熱分解炉心に落下する手法（数 10 msec 以内の熱分解速度）”を採用し、さらに装置を抜本的に改良しました。この装置は、精密な温度制御法や装置内の熱分解生成物の凝縮を最小とするような構造であり、再現性に格段に優れており、ダブルショット・パイロライザーとして 1992 年に製品化いたしました。

このダブルショット・パイロライザーは、従来の熱分解装置では識別できなかった高分子試料中に元々含有されている揮発性成分と熱分解によって発生する熱分解生成物とを識別して分析するために、最初に揮発性成分を低い温度からポリマーの熱分解しない温度（例：100℃から 300℃）範囲で昇温あるいは定温加熱により分析し、引き続いて、基質ポリマーを 500～800℃で、自由落下により瞬間熱分解する、二つの方法を一つの装置で実現する全く新しい手法を考案しました。また自由落下方式の従来の瞬間熱分解装置は、シングルショット・パイロライザーとして製品化いたしました。

さらに高精度昇温プログラミングが可能な同装置を用いて、高分子試料の昇温加熱過程の刻々の温度で連続的に発生する揮発、分解生成ガスを直接 GC や質量分析計（MS）の検出系に導入する新しい発生ガス分析法（Evolved Gas Analysis：EGA）を提案しました。この手法は、現在では熱重量分析法（TG）と同等な発生ガス曲線（サーモグラム）が極めて簡便に得られることから、高分子試料の熱的挙動の解析や加熱過程での化学変化の詳細な解析、さらには工場における品質工程管理などにも、広く使用されるようになりました。

さらに弊社開発の Ultra ALLOY®金属キャピラリーカラムは、この Py-GC 法においては、熔融シリカ（FS）キャピラリーカラムと比べ、約 4 倍の耐汚染性と 50℃以上も耐熱特性を生かして、C₁ から C₁₀₀ を超える熱分解生成物の高分離に威力を発揮しております。

ダブルショット・パイロライザー：日本国特許 No:2742492

ダブルショット・パイロライザー、Ultra ALLOY®：フロンティア・ラボ（株）の登録商標

弊社の研究開発陣は、ダブルショット・パイロライザーをより使いやすくするため、その後基礎的研究を精力的に行い、その成果として、様々な周辺装置を発表してきました。これらの周辺装置開発に伴い、ダブルショット・パイロライザーを用いた応用範囲を広げました。

しかしこの 20 年間に、各種の高機能性樹脂などが次々と開発され、それらの材料解析への要望として、より高温領域における熱分解挙動の測定ができる能力や、繰返し分析処理能力の向上等が求められてきました。そこで、これらのニーズに応えるため、ダブルショット・パイロライザーPY-2020iDの開発で培ってきた技術を生かしつつ、加熱炉の構造を基本から見直しました。熱分解炉に小さな熱容量で特殊な高耐熱性セラミックヒーターを採用して、高温領域での熱分解、迅速な加熱・冷却の繰返し測定の効率化を達成しました。そしてパイログラムの高度な再現性を実現するために、“高性能と使い易さを追求した究極的多機能パイロライザー”（マルチショット・パイロライザー、EGA/PY-3030D）を開発しました。

1.2 EGA/PY-3030D の特長

マルチショット・パイロライザー EGA/PY-3030D は、PY-2020iD を更に使い易くするために、熱分解加熱炉部と温度制御部を根本的に改良した次世代の熱分解装置です。この装置の特長を簡単に示します。

1. 分析処理能力の大幅向上（急速昇温・冷却）

熱容量の小さな、耐熱性に優れた新規開発の高耐熱性セラミックヒーターによる急速昇温・冷却と、室温付近から 1050℃までの広い温度領域

2. 高性能で高信頼（再現性、不活性さ、高沸点化合物の収率）

発生ガスのサーモグラムと瞬間熱分解のパイログラムにより性能保証

3. あらゆる形態の試料分析（4 つの分析法・5 つのサンプラーの有効活用）

分析の目的と試料形態に合わせて、分析法とサンプラーを選択

4 つの分析法 (標準ソフトウェア)

- ・ シングルショット-GC/MS 法
- ・ ダブルショット-GC/MS 法
- ・ 発生ガス分析 (EGA) -MS 法
- ・ ハートカット EGA-GC/MS 法

5 つのサンプラー

- ・ ダブルショットサンプラー（標準）
- ・ 液体試料サンプラー（標準）
- ・ Online-マイクロ反応サンプラー（Option）
- ・ マイクロ熱脱着サンプラー（Option）
- ・ マイクロ UV 照射サンプラー（Option）

1.3 周辺装置との組み合わせ

EGA/PY-3030D は、様々な周辺付属装置を組み合わせることにより、分析可能な応用分野を拡大させることができます。また、分析目的によって周辺装置を使い分けると共に、F-Search ソフトウェアとポリマー・添加剤ライブラリーを併用することにより、詳細かつ迅速な高分子材料のキャラクタリゼーションが可能となります。マルチショット・パイロライザー EGA/PY-3030D とその周辺装置の組み合わせを Table1 に示します。

Table1 EGA/PY-3030D を用いる各種分析法と周辺装置の組み合わせ

		各分析法で使用する周辺装置					
		オートショット・サンプラー	マイクロ UV 照射装置	F-Search システム ^{*1}	キャリアガス切換え装置	選択的試料導入装置	マイクロジェット・クлайオトラップ
4 つの分析法	発生ガス分析法 (EGA)	○	—	a, d	—	—	—
	シングルショット分析法	○	—	b, c, d	—	○	○
	ダブルショット分析法	○	—	b, c, d	—	○	○
	ハートカット EGA 分析法	○	—	b, c, d	—	◎	◎
他の分析法	熱脱着分析法	○	—	d	—	○	○
	空気雰囲気中での各種分析法 (EGA を除く)	○	—	c, d	◎	◎	◎
	UV/PY-GC/MS 分析法	—	◎	c, d	— ^{*2}	○	○

◎：必須、○：分析目的により必要／使用すると便利、—：不要

^{*1} 推奨ライブラリー：(a) 発生ガス分析用ポリマーライブラリー、(b) パイログラム用ポリマーライブラリー、(c) 熱分解生成物用ライブラリー、(d) 添加剤用ライブラリー

^{*2} マイクロ UV 照射装置の購入時に、キャリアガス切換え装置と同等の機能を有した装置が標準付属します

1.4 マルチショット・パイロライザー加熱炉の構造

マルチショット・パイロライザー EGA/PY-3030D 加熱炉の構造概略を示します。

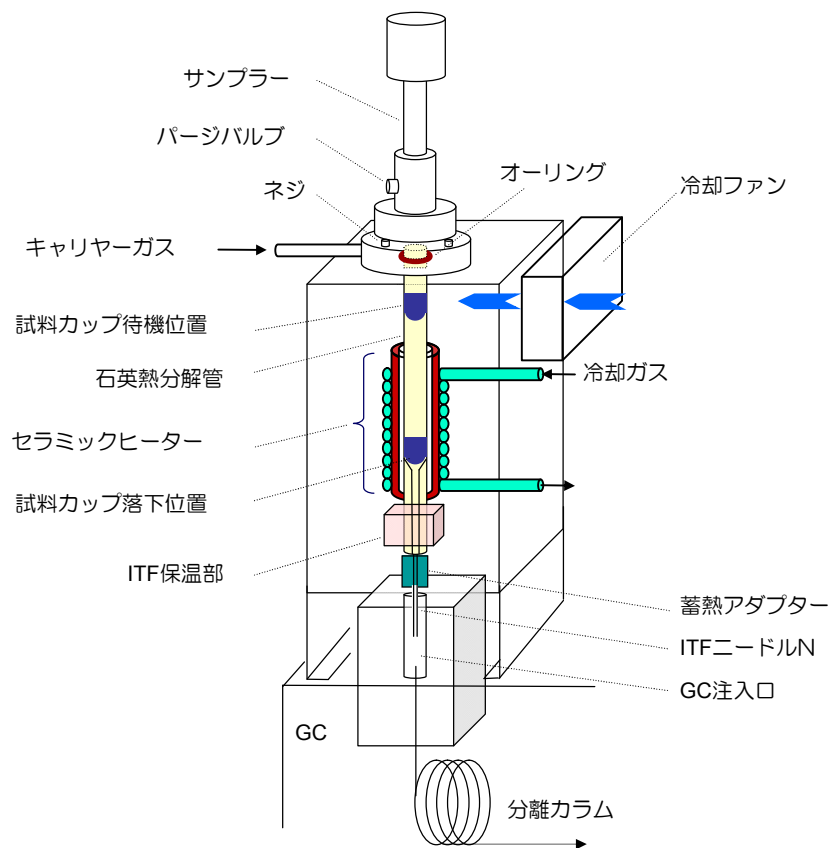


Fig. 1.1 マルチショット・パイロライザー加熱炉の構造

第2章 仕様

本システムは熱脱着部も兼ねた加熱炉部と温度コントローラーの2つの部分から構成されております。

	マルチショット・パイロライザー (EGA/PY-3030D)
1. 保証性能(MS 検出器を使用)	分析条件は、本マニュアルの第8章参照
① パイログラムの再現性 (n=3)	ポリステレン(25 µg)の 550°C(エコカップ LF 使用)における瞬間熱分解において、ステレントライマー (SSS)とステアリン酸メチル(Me-Stearate)のピーク面積比の変動係数(RSD): ≤ 2 % (エコカップ LF、同一カップ)
② EGA サーモグラムの再現性	ポリステレンのピーク頂点温度の変動係数(RSD): ≤ 0.3 %
2. 加熱炉とサンプリング部	(ダブル・ヒーター採用の小型縦型加熱炉)
● 熱分解加熱炉 試料導入方式 熱分解管材質 温度制御範囲/安定性 冷却方式 冷却時間 (圧力 500 kPa で)	筒状セラミックヒーター採用 重力落下ブッシュボタン式・手動上下移動 石英製 室温プラス 10 ~ 1050°C (1°C 毎) / ± 0.1°C 以内 窒素ガス又は圧縮空気による強制冷却 10 min 以内 (800 → 50°C, ITF 自動モード時)
● インターフェース部 (ITF) 温度制御範囲/安定性 ITF ニードル	カートリッジヒーター採用 40 ~ 450°C (1°C 毎) / ± 0.1°C 以内 横穴針 (内面は傾斜多層膜の不活性化処理済み)
● サンプラー	
ダブルショットサンプラー	ダブルショット・シングルショット共用
液体試料サンプラー	液体試料注入用 [通常のマイクロシリンジ (10 µL) 使用可能]
● 試料カップ	
エコカップ SF (小)	最大容量: 50 µL (不活性化処理済みステンレススチール製)
エコカップ LF (大)	最大容量: 80 µL (不活性化処理済みステンレススチール製)
3. 温度コントローラー	PC 制御 (PC は別途準備)
● ファンクション	SGL/DBL, Direct EGA, Heart-Cut EGA, ITF temp., Method File, Temp. Monitor, Maintenance
	他の機能: 選択的試料導入装置とマイクロジェット方式のクライオトラップの制御、温度校正、キャリアーガス切換え装置
● 温度制御入力範囲	
熱分解加熱炉	30 ~ 1050°C (1 °C 毎) 昇温可能
昇温速度	最大 600 °C/min (1 °C/min 毎)
ホールド時間	0 ~ 999.9 min (0.1 min 毎)
熱分解時間	0 ~ 999.9 min (0.1 min 毎)
インターフェース	30 ~ 450°C (1°C 毎) 自動/手動制御可能
● 過熱防止温度	PY: 1100°C, ITF: 500°C, 試料カップ待機位置: 10 °C
● 通信機能	USB インターフェース使用

加熱炉温度を 900°C 以上で長時間使用することは、ヒーター寿命を短くする可能性があります。900°C 以上での連続使用は概ね 20 分程度を目安としてください。長時間 900°C 以上で連続使用する場合は、弊社 (cs@frontier-lab.com) にお問合せ下さい。

また、本製品を使用しないで待機状態にしておく場合は加熱炉温度を 200~300°C 以下にしておくことをお勧めします。これによりヒーター寿命は長くなります。

	マルチショット・パイロライザー (EGA/PY-3030D)
4. 標準付属品	
石英熱分解管	2 本
Ultra ALLOY キャピラリーカラム	5%フェニル 95%ジメチルポリシロキサン, 30 m (0.25 mm id), 0.25 μm × 1 本
発生ガス分析用キャピラリーチューブ	2.5m (0.15 mm i.d.) (不活性化チューブ UADTM) × 1 本
ITF ニードル N	2 本 (ITF ユニオン N × 1 個付)
エコカップ	エコカップ SF (50 μL) × 20 個、エコカップ LF (80 μL) × 20 個
エコスティック	エコスティック SF × 10 本、エコスティック DF × 10 本
サンプラー	ダブルショットサンプラー × 1 本、ダブルショットサンプラー置き台 × 1 台 液体試料注入用サンプラー × 1 個、液体試料注入用サンプラーセプタム × 5 個
グラファイトベスペルフェラル	3 個
性能確認用標準試料	2.5 mg ポリスチレン薄膜, 2 mL ガラス瓶入り(使用前に、ジクロロメタン、トルエン又はベンゼン 0.5 mL で溶かして使用)。
その他	制御ソフトウェア CD(Windows 7, Vista, XP 対応) × 1 枚、電源ケーブル(1.5 m) × 1 本、冷却ガス用ビニールチューブ(1.5 m) × 2 本、USB ケーブル(2m) × 1 本、パルプ制御ケーブルアダプター × 1、工具セット × 1 式、水準器 × 1 個、エコピックアップ F × 5 本、エコスタンド AL × 5 個、取扱説明書(PDF)
5. その他	
所要電源	AC100/110V (50/60 Hz) 4A (MAX)
大きさ(W)X(D)X(H) mm/kg 熱分解炉部 温度コントローラー	76(W) × 143(D) × 215(H) mm / 1.6 kg (ケーブル及び突起物は含まず) 120(W) × 310(D) × 310(H) mm / 5.4 kg
推奨 GC、GC/MS	アジレント: Agilent 7890GC, Agilent 5975 GC/MS サーモフィッシャー: TRACE 1300/1310GC, Trace ISQ 島津: GCMS-QP2010, GC-2010 日本電子: JMS-Q1000GC Mk II パーキンエルマー: Clarus GC, GC/MS ブルカー・ダルトニクス: 436/456-GC, SCION SQ その他(要相談)
6. オプション	
周辺装置	- AS-1020E: マルチショット・パイロライザー用オートサンプラー(最大 48 試料の自動分析が可能) - CGS-1050Ex: キャリヤーガス切換え装置 (空気と He ガス、SS-1010E の併用を推奨) - MJT-1030Ex/35E: マイクロジェット・クライオトラップ (GC オープン内のカラム先端部にジェット流の液体窒素を吹付け、C₄ 以上の成分をトラップする装置) - PY-1110E: F-Search システム (ポリマー発生ガス/パイログラムライブラリー、添加剤ライブラリー、ポリマー熱分解生成物ライブラリー) - PY1-1050: On-line マイクロ反応サンプラー (高温高圧条件下にてパイロライザー内で反応後、オンラインでその生成物を GC 分離カラムに導入する装置) - PY1-1060: マイクロ熱脱着サンプラー (揮発性成分ガスの熱脱着分析を可能にする装置) - SS-1010E: 選択的試料導入装置 (発生ガスの任意温度画分を、カラム先端部でのガス差圧を利用して、選択的にカラムに導入する装置) - UV-1047Xe: マイクロUV照射装置 (On-line マイクロ UV サンプラー付属)
消耗部品	- MS402180: Vent-free GC/MS アダプター - PY-K303D: 消耗部品セット(マルチショット用, 約 1 年分) - PY-K313D: 消耗部品セット(AS-1020E 対応マルチショット用, 約 1 年分) - Ultra ALLOY 金属キャピラリーカラム(内径: 0.25, 0.53 mm, 長さ 5~60m, 各種化学結合固定相液体)
●ユーザー準備品 1) ガスクロマトグラフ (Split/Splitless 用注入口付き): 取り付け GC 機種に制限があります。 2) マルチショット・パイロライザー: 熱分解加熱炉冷却用窒素ガス又は圧縮空気(圧力: 400~600kPa)が、外径 1/8 インチあるいは 3 mm のパイプ (銅またはステンレス製)でパイロライザーの温度制御器の近くに設置されていること(使用流量: 約 7 L/min)。 3) 電源 AC100V (4A 以上、アース付き 3P 電源を必ずご用意ください) 4) 制御用 PC: 上記推奨 GC、GC/MS の場合、その制御用 PC 使用可、ただし OS は、Windows 7, Vista, XP 日本語又は英語版であること、USB 接続ポートが1つ必要。	

（参考）熱分解炉の冷却時間の測定例

冷却空気の圧力の違いによる熱分解炉温度と冷却時間の関係を Fig. 2.1 に示します。ここで示した圧力は、熱分解炉に導入するナイロンチューブ（PY1-7801）出口の圧力（P）です。

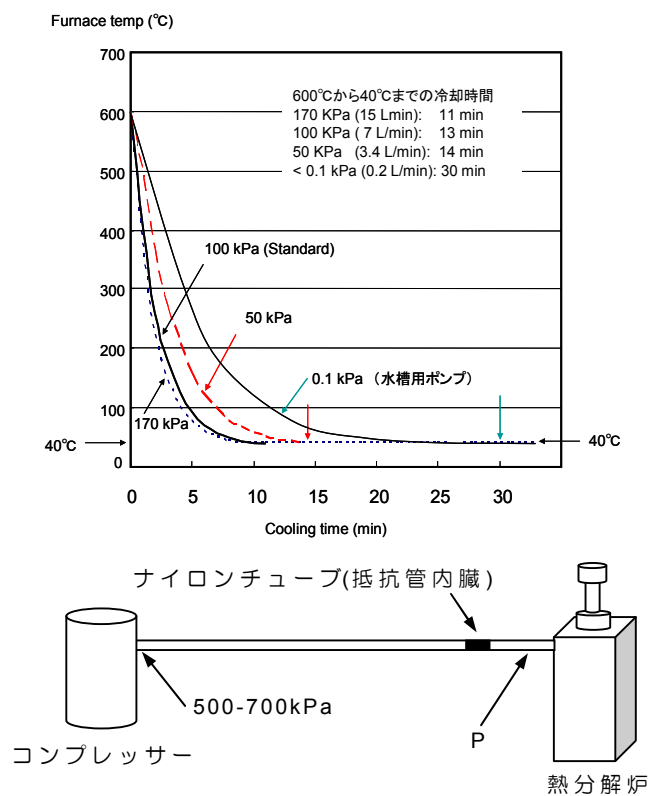


Fig. 2.1 冷却空気圧力の違いによる熱分解炉温度と冷却時間の関係（外気温度 20°C の時）

また、空気圧力と空気の流量の関係を Fig. 2.2 に示します。

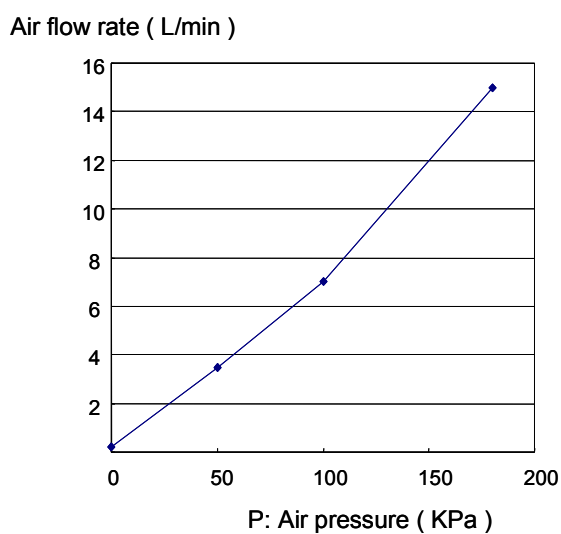


Fig. 2.2 空気圧力と空気流量の関係

第3章 据付け

ここでは据付け作業の概要を説明します。詳しい手順は各社 GC 用取付けキットに付属する据付けマニュアルを参照してください。



1. 安全のため、保護メガネを装着して据付け作業を行ってください。
2. 据付け前に GC の注入口温度を OFF に設定して、100℃以下に冷却してから作業を行ってください。（やけどの危険性があります。）
3. 加熱炉本体温度は急速に上がり危険です。GC へ取り付けが終了するまでは温度コントローラーの電源を切った状態で作業を行ってください。

3.1 据付け前の準備

3.1.1 準備品の確認

据付け作業の前に下表に示す準備品が揃っていることを確認します。これらは本製品には含まれません。

番号	項目	仕様	備考
1	取付けキット	取り付ける GC 用のもの	本製品には含まれない。別途購入
2	電源	AC100V、4A 以上、 接地端子付コンセント	付属電源ケーブル長は 2 m。
3	制御用 PC	OS:Windows 7、Vista、XP USB インターフェース 1 基 CD ROM ドライブ	GC 又は GC/MS の制御用 PC の使用が可能。付属 USB ケーブル長は 2 m。
4	溶媒	塩化メチレン、トルエン又は ベンゼン 0.5 ml	性能確認用標準試料を溶かすために使用。
5	冷却用ガス ¹⁾	圧縮空気又は窒素ガス 圧力：400 ~ 600kPa 消費量：約毎分 7 リットル (600kPa にて)	温度コントローラー設置位置から配管距離で 1.5 m 以内に 1/8 インチ Swagelok メスの取り出し口があること。又は 1/8 インチ又は 3 mm パイプであれば接続可能。接続は流路抵抗管入りの付属ナイロンチューブを使用。
6	Vent-free GC/MS アダプター ²⁾	部品番号 MS402180 MS402190 MS402195 (GC/MS により異なる)	MS の真空を維持したまま、分離カラムの交換が可能。別途購入
7	設置スペース	温度コントローラー設置用 幅：約 20 cm 奥行き：35 cm 以上	GC 注入口に設置する加熱炉と温度コントローラーを接続するケーブル長は 2m。

- 1) FID 用の空気を分岐して使用する場合は、FID での高感度分析に影響があります。また、家庭用簡易水槽ポンプ（AC100V,3W 以下）を別途購入されることにより、温度制御器背面「EXT PUMP」に接続することで、加熱炉温度を 40℃程度まで冷却可能です。（Fig. 2.1 参照）
- 2) 分離カラムを交換する場合に要する時間を大幅に短縮できます。分析の効率向上に不可欠です。

3.1.2 MS のポンプダウン（据付け作業時間の短縮のために）

据付け作業は GC/MS が停止している状態で行うことをお勧めしますが、据付け作業時間を短縮するために、MS のポンプダウンを行いながらの作業も可能です。

- ・ Vent-free GC/MS アダプターを準備している場合は、まずそれを取り付けて MS の真空を引き始めてから本装置の据付け作業を始めます。
- ・ Vent-free GC/MS アダプターがない場合は、付属の Ultra ALLOY カラムを注入口に取り付け、He キャリヤーガスを約 5 分間流した後に、カラム出口を MS へ接続します。次に MS の真空を引き始めます。約 10 分後、注入口からカラムを外し、カラム入口側にセブタムを刺してシールし、真空を引き続けます。
- ・ 本装置には動作確認用の分離カラム（Ultra ALLOY、5%フェニルシリコーン、内径 0.25mm、膜厚 0.25 μ m、長さ 30m）が標準付属しています。

3.2 キャリヤーガス配管変更

マルチショット・パイロライザーを GC に取り付ける場合はキャリヤーガスの配管を一部変更する必要があります。Fig. 3.1 にパイロライザーを取り付ける前後のキャリヤーガスの流路図を示します。据付け作業の各ステップでご参照ください。

GC のキャリヤーガス制御器で制御されたキャリヤーガスは注入口への配管の途中でバイパスしてマルチショット・パイロライザーの加熱炉部に接続し、注入口へのキャリヤーガスの配管は盲栓でキャップします。

各社 GC により、配管を途中で切断する必要が生じる場合もあります。

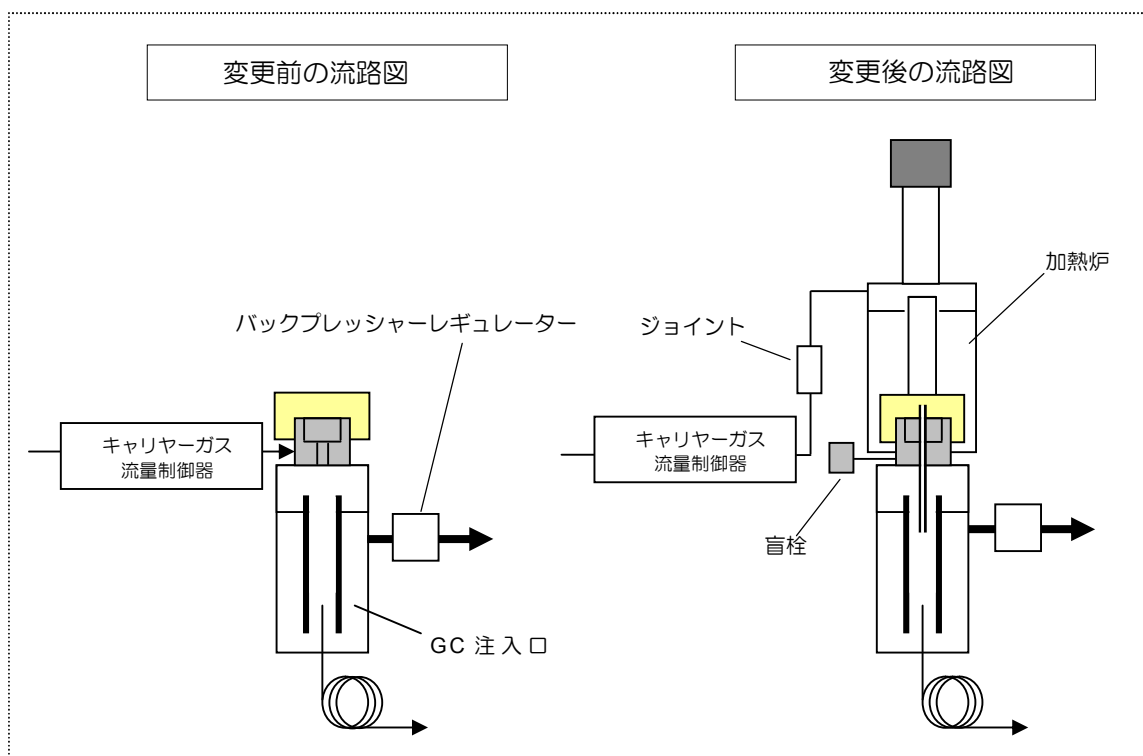


Fig. 3.1 熱分解装置の設置前後の流路図

3.3 GC 注入口の準備

3.3.1 GC 注入口のセプタムナットの交換

各社 GC 用取付けキットには、GC 注入口用セプタムナット、ニードルガイド及び加熱炉に取り付ける蓄熱アダプターが含まれます。

各社 GC に標準付属するセプタムナットを取付けキット付属のものと交換します。蓄熱アダプターは加熱炉のインターフェース部に固定します。その先端はセプタムナットの形状に一致するように設計されています。これらの部品を正しく接続することにより、試料が通過する経路の温度の谷間を最小限に維持することが可能となり、高沸点成分の分離カラムへの導入効率を高めます。

3.3.2 セプタムの交換

セプタムは取付けキットに付属するものを使用することをお勧めします。キットに付属するセプタムは、高温による金属面への融着を軽減するために、表面にコーティングが施されています。

3.3.3 注入口ライナーについて

注入口ライナーは各社の標準品を使用します。パイロライザーを使用する場合は加熱炉部で試料がガス化されるので、ライナーの種類によるミキシング効率やディスクリミネーションへの影響は無視できます。

3.4 加熱炉の準備

3.4.1 加熱炉への石英熱分解管の取り付け

石英熱分解管は必ず付属のもの（部品番号：PY1-3018M）をご使用下さい。PY-2020iD/iS 用（部品番号：PY1-2018M）とは長さが異なり、本装置には使用できません。

3.4.2 インターフェースユニオンとニードルの取り付け

インターフェースユニオンとニードルは本装置に付属のものをご使用下さい。PY-2020iD/iS 用も取り付けは可能ですが、本装置には最適化されていません。

石英熱分解管とのシールには本装置に付属するグラファイトベスペルフェラル（部品番号：PY1-7911）を使用します。グラファイト 100%のフェラル（部品番号：PY1-7921）も使用可能ですが、シールの性能は低下します。

3.4.3 GC への加熱炉の装着

加熱炉の ITF ニードルを GC 注入口へ垂直に刺し、本体を下方に突き当たるまで押し下げます。このときセプタムナットと蓄熱アダプターが密着することが重要ですので、加熱炉部を押し下げながら架台の両側にあるスリットに加熱炉下部両側面のネジを通して、付属の六角ドライバー（2 mm）を使って固定します。その際、付属の水準器を用いて、加熱炉を概ね水平にしてください。

3.5 温度コントローラーの設置

3.5.1 電源の接続

電源は必ず接地端子付のコンセントを使用します。必ず製品の電源仕様にあった電圧を接続してください。電源仕様はコントローラー背面パネルの電源ケーブル接続口に表示されています。

また、加熱炉部も電源仕様により異なります。加熱炉背面に表示されている電源仕様が、コントローラーと一致していることを確認してください。

3.5.2 制御用 PC との接続

PC と本装置の温度コントローラーを付属の USB ケーブルで接続します。ケーブル長は 2 m です。その接続可能な範囲に設置されることが必要です。本装置の制御ソフトウェアは GC または GC/MS の制御ソフトウェアとは独立したソフトウェアで、相互にデータをやり取りすることはできません。

3.5.3 リモート信号ケーブルの接続

リモート信号ケーブルは GC と本装置の温度コントローラーを接続します。この信号ケーブルは、GC から「READY」信号を受け、「GC START」信号を GC に送ります。

3.6 冷却用ガスの接続

3.6.1 使用する冷却用ガスについて

一般的に窒素ガスやコンプレッサーの圧縮空気を使用します。高温に加熱された部分を通過しますので、油分や水分の含有が少ないことが望まれます。また、空気の純度が直接的に分析結果に影響を及ぼすことはありません。

本装置は吐出量が少ない家庭水槽用簡易型ポンプの使用が可能です。温度コントローラーの背面にある専用電源（EXT PUMP、100V 3W）に接続することにより自動制御ができます。



警告

本装置では、加熱炉冷却用のガスとして圧縮空気又は窒素ガスを使用します。窒素ガスを使用する場合は、使用場所の十分な換気ができることを確認してください。換気の悪い閉所で使用すると窒息する危険があります。

3.6.2 温度コントローラーと加熱炉への接続

ガスの配管は付属のビニールパイプを使用してガスの取り出し口と温度コントローラー、温度コントローラーと加熱炉間を接続します。

冷却用ガスは、加熱炉温度の設定並びに加熱炉の温度プログラムの進行に応じて自動的に制御されます。

3.6.3 水槽用簡易ポンプの接続

家庭水槽用簡易型ポンプ（お客様準備品）を使用する場合の接続方法を以下に示します。

- (1) 簡易ポンプのガス出口と加熱炉の冷却ガスコネクタをチューブで配管します。ナイロンチューブ（PY1-7801 抵抗パイプ内臓）は使用しません。抵抗が入っていないチューブを使用してください。
- (2) 簡易型ポンプの電源を温度コントローラー背面の簡易ポンプ用電源に接続します。

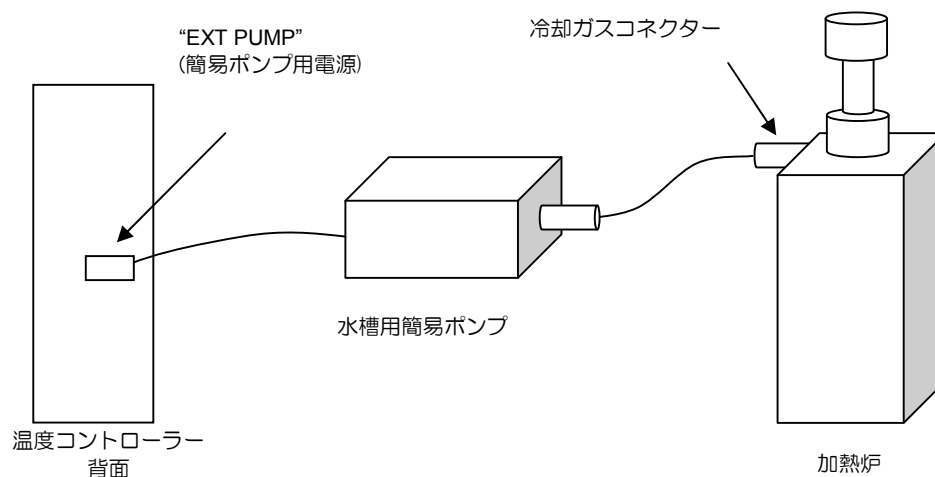


Fig. 3.2 水槽用簡易型ポンプの接続図

また冷却速度は、推奨している圧縮窒素ガスあるいは空気を用いた場合と比べ、Fig. 3.3 のように遅くなります

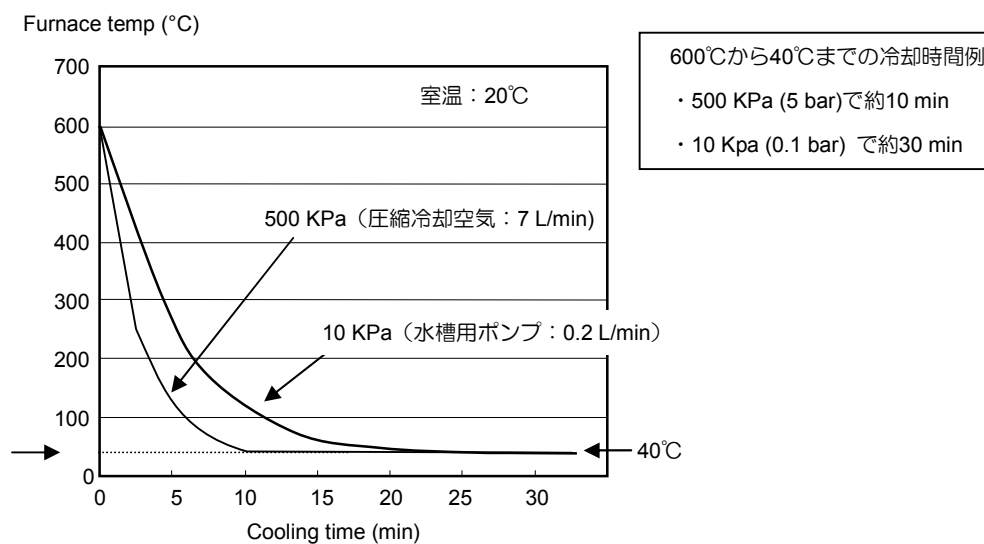


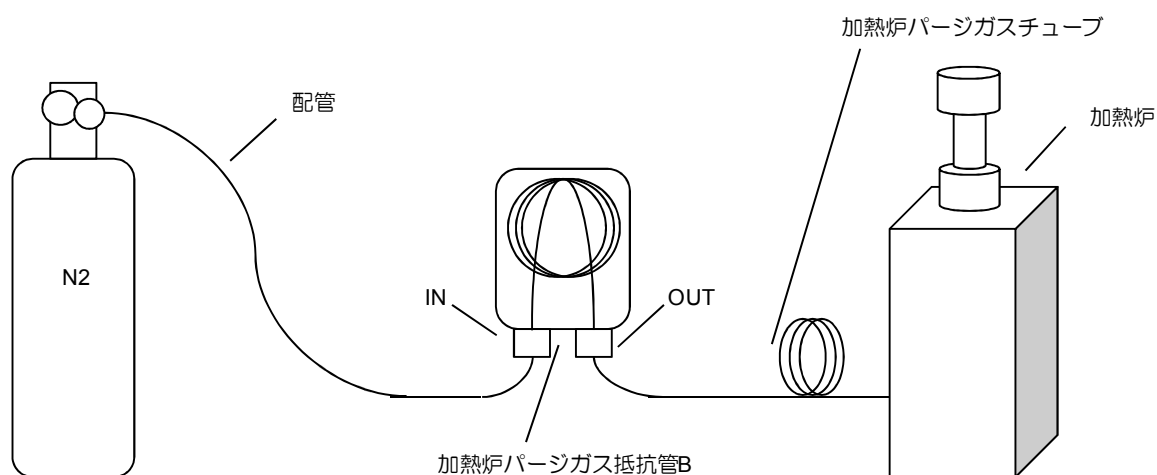
Fig. 3.3 水槽用簡易型ポンプを用いた冷却による加熱炉の温度変化

3.7 加熱炉パーシガスの接続

加熱炉パーシガスチューブに窒素ガスを供給し、加熱炉内の酸素をパーシすることで、温度センサーなどの加熱炉内部の構成部品の酸化劣化を低減します。特に、加熱炉の温度を 800°C 以上で使用する場合には、必ず接続して下さい。

3.7.1 加熱炉パーシガスチューブと窒素ガス配管の接続

窒素ガスの配管をパーシガス抵抗管 B を経由して、加熱炉パーシガスチューブに接続して下さい。供給圧力が 500 kPa の場合、約 100 mL/min のガスが流れます。空気を使用した場合には、酸化劣化を防ぐ効果が得られません。



警告

水素などの可燃性ガスは接続しないでください。爆発の危険があります。



注意

加熱炉パーシガスチューブの警告ラベルは、高温になる GC オープン上に位置させないでください。熱劣化により表記が読み取れなくなります。

3.8 周辺装置の接続

各周辺装置に付属する取り扱い説明書の据付けに関する記述を合わせてご参照ください。

3.8.1 オートショット・サンプラー (AS-1020E) の接続

AS-1020E 制御用 RS-232C ケーブルは本装置の温度コントローラー背面の RS-232C ポートに接続します。
PC には接続しません。PC から本装置の温度コントローラーを経由して制御されます。

3.8.2 その他の周辺装置の接続

選択的試料導入装置 (SS-1010E)、マイクロジェット・クライオトラップ (MJT-1030Ex/35E) およびキャリアガス切換え装置 (CGS-1050Ex) も本装置からの制御が可能です。これらは温度コントローラーの VALVE コネクターに各装置に付属するバルブ制御ケーブルを使用して接続します。その接続には本装置に付属するバルブ制御ケーブルアダプターを使用します。

3.9 制御ソフトウェアのインストール

3.9.1 USB-シリアル通信のデバイスドライバのインストール

制御ソフトウェアのインストールの前に、USB-シリアル通信のデバイスドライバをインストールする必要があります。

- (1) USB ケーブルが接続されていることをご確認ください。次に温度コントローラーの電源を入れると、「新しいハードウェアが見つかりました」と、PC の画面に表示されます。
- (2) “EGA/PY-3030D control software”の CD-ROM を CD ドライブに入れます。（例では、CD ドライブを D: とします）
- (3) セットアッププログラムが起動しますが、先に進まずに終了してください。
- (4) Fig. 3.2 に従って、フォルダを指定して、USB - シリアル通信デバイスドライバをインストールしてください。



D:\Driver_USB_Serial フォルダを指定

Fig. 3.4 USB-シリアル通信ドライバーのインストール

3.9.2 制御ソフトウェアのインストール

制御ソフトウェアをインストールするには、パスワードが必要です。このパスワードは弊社ホームページの専用ページで取得することができます。取得の方法についての詳細は、ソフトウェアの CD-ROM のパッケージに同梱されている説明書をご参照ください。

- (1) EGA/PY-3030D control software”の CD-ROM を PC の CD ドライブに入れてください。
- (2) セットアッププログラムが起動しますので画面の指示に従って操作してください。

3.9.3 COM ポートの設定

制御ソフトウェアを起動して、Fig. 3.5 のようなダイアログが表示される場合は、USB - シリアル通信のポートを指定する必要があります。



Fig. 3.5 COM ポート選択ダイアログ

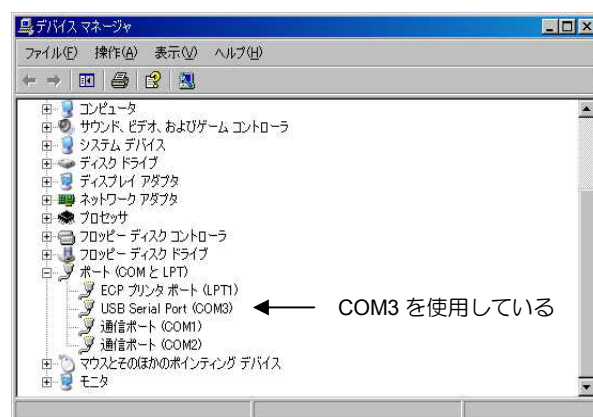


Fig. 3.6 デバイスマネージャからの COM ポートの確認

- (1) Windows のコントロールパネルの“システム”で開く画面から、“ハードウェア”タブへ移動し、“デバイス マネージャ”ボタンを選択して下さい。Fig. 3.6 で、“ポート(COM と LPT)”を開き、“USB Serial Port”で使
用している COM ポートの番号を確認します。
- (2) COM ポート番号を Fig. 3.5 で選択し、OK ボタンを押すと、制御ソフトウェアが起動します。
- (3) ポート番号が 1 から 8 の間にない場合、ポート番号の再設定を行います。USB Serial Port の上で、マウ
スを右クリックし“プロパティ”で開く画面から、“ポートの設定”タブへ移動し“詳細設定”ボタンを選択し
てください。Fig. 3.7 のように、Fig. 3.6 で実際に割り当てられているポート番号以外の番号で 1 から 8
の間の任意の番号を選択してください。すでに“(使用中)”との表示がある番号を選ぶと、警告ダイア
ログが開きますが、OK ボタンを選択してください。その後、(2)の手順を行ってください。

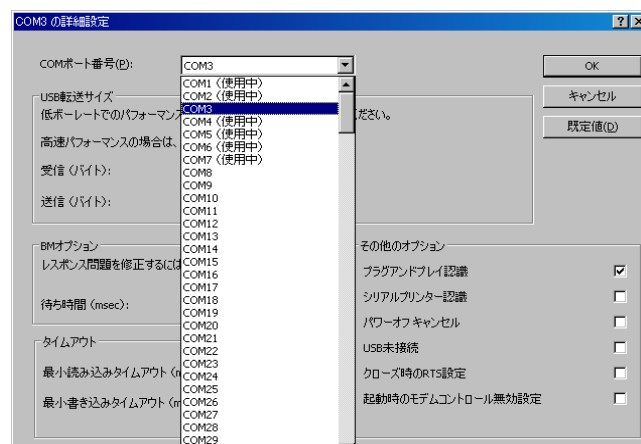


Fig. 3.7 COM ポート番号の再設定

3.10 各部の名称と機能

3.10.1 加熱炉部

加熱炉部の各部の名称と機能を Fig. 3.8 に示します。

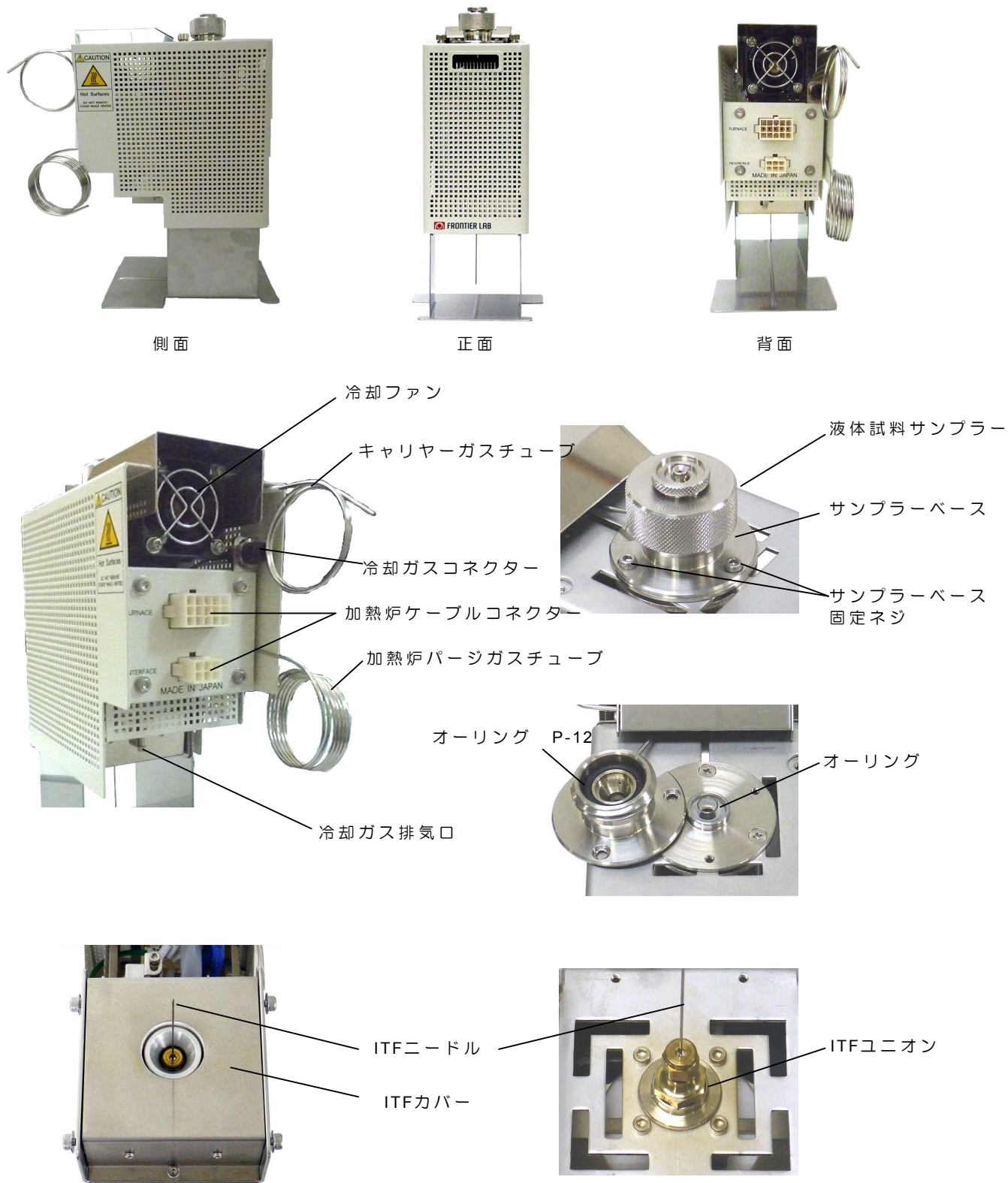


Fig. 3.8 加熱炉部の各部の名称と機能

3.10.2 温度コントローラー部

温度コントローラーの各部の名称を Fig. 3.9 に示します。

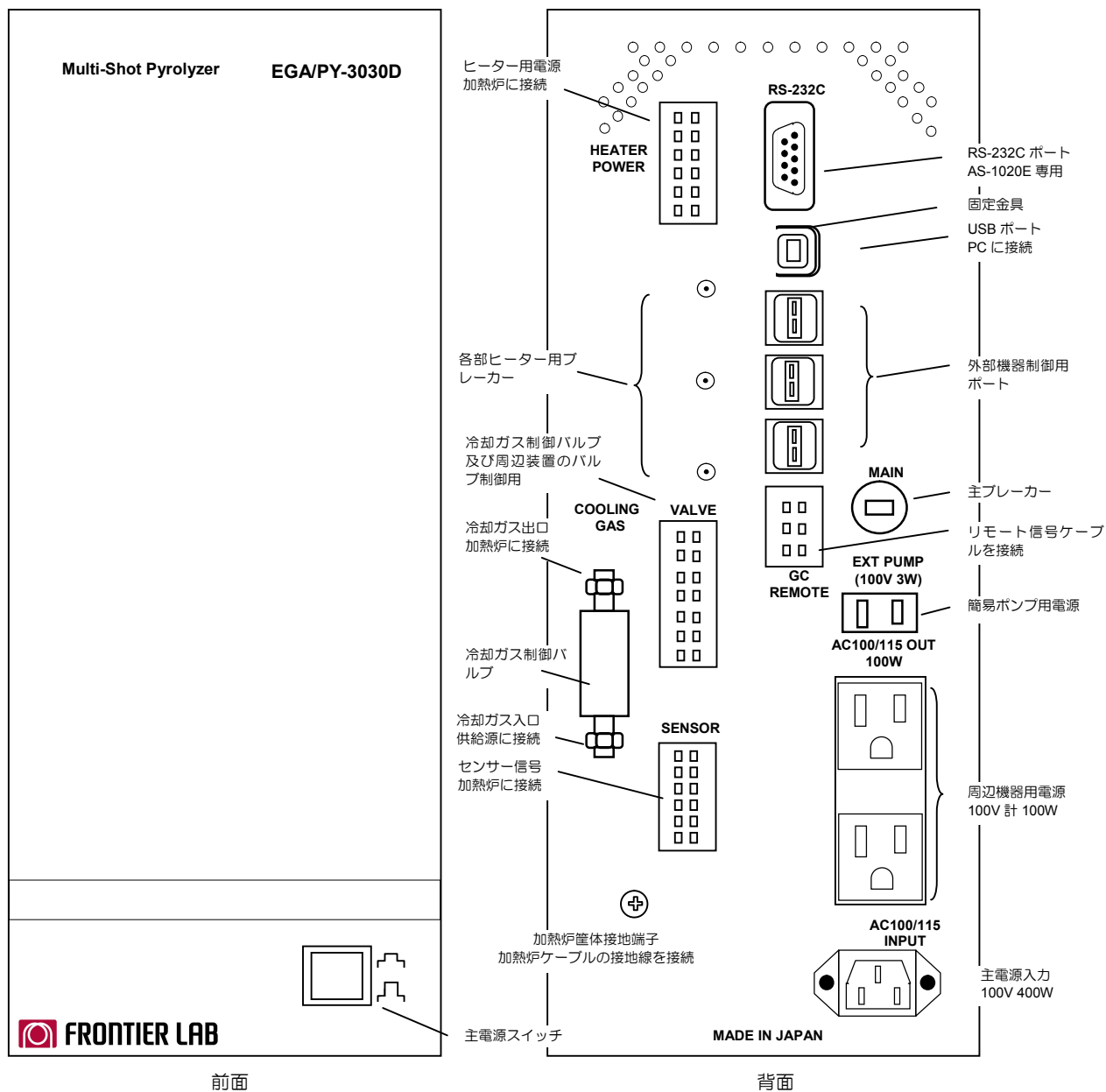


Fig. 3.9 温度コントローラー各部の名称と機能

第 4 章 EGA/PY-3030D コントロールソフトの操作方法

4.1 起動方法と画面の構成

4.1.1 起動方法

スタートメニューより[プログラム] – [EGA/PY-3030D Control] を選択します。Fig. 4.1 が表示された後に、Fig. 4.2 が表示されます。



Fig. 4.1 EGA/PY-3030D Control の起動画面

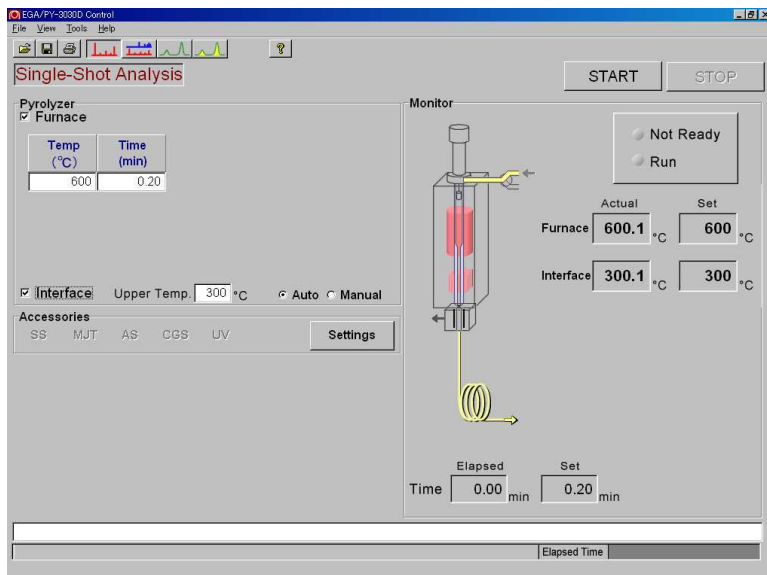


Fig. 4.2 シングルショット法の設定画面

4.1.2 画面の構成

Fig. 4.3 にメイン画面の構成を示します。各部の機能は以下のとおりです。

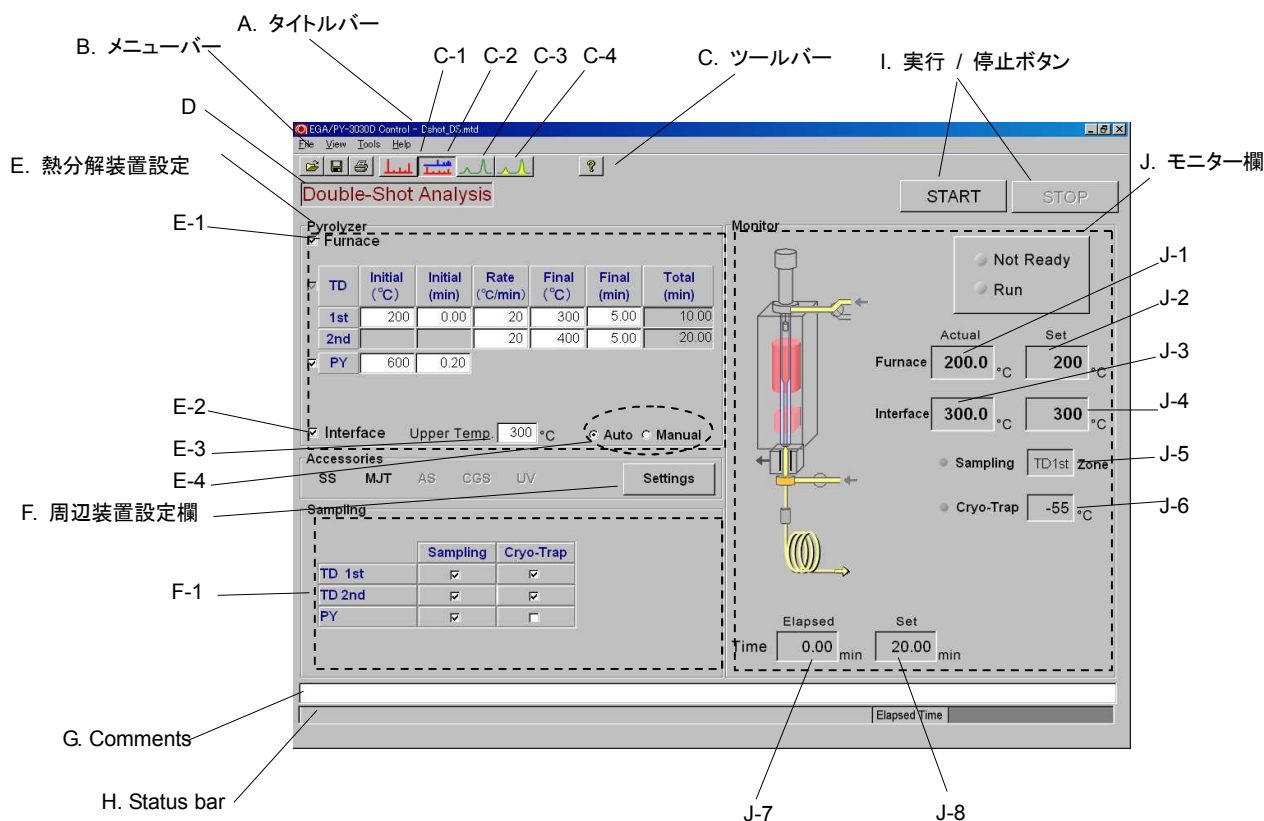


Fig. 4.3 メイン画面の構成

- A.タイトルバー : 現在使用しているメソッド名が表示されます。
- B.メニューバー : 各メニューが表示されます。
- C.ツールバー : 各種のアイコンが表示されます。
- C-1 : Single-Shot Analysis が選択されます。
- C-2 : Double-Shot Analysis が選択されます。
- C-3 : Direct EGA Analysis が選択されます。
- C-4 : Heart-Cut EGA Analysis が選択されます。
- D : 現在選択されている分析モードが表示されます。
- E. 熱分解装置設定欄 : 熱分解装置の各部の条件設定を行います。この部分の構成は選択されている分析モードにより異なります。
- E-1 : 加熱炉ヒーターの ON / OFF を行います。チェックボックスにチェックマークを入れるとヒーターが ON になります。
- E-2 : インターフェースヒーターの ON / OFF を行います。チェックボックスにチェックマークを入れるとヒーターが ON になります。

- E-3 : インターフェースの温度を設定します。
- E-4 : インターフェース制御モードの選択を行います。“Manual”に設定した場合には E-3 で設定した一定の温度で制御されます。“AUTO”に設定した場合には熱解炉の温度より 100°C 高い温度で自動制御されますが、E-3 で設定した温度が上限温度となります。
- F. 周辺装置設定欄 : 選択的試料導入装置およびマイクロジェット・クライオトラップなど周辺装置の設定を行います。この部分の構成は選択した分析モードにより異なります。
- F-1 : 使用する周辺装置を設定します。
- G. コメント欄 : 各分析モード毎にコメントを記入できます。
- H. ステータスバー : プログラムの進行状況などが表示されます。
- I. スタート/ストップボタン : プログラムのスタートおよびストップを行います。
- J. モニター欄 : 各装置の動作状況を表示します。
- J-1 : 加熱炉の現在の温度
- J-2 : 加熱炉の設定温度または昇温プログラムの最終温度
- J-3 : インターフェースの現在の温度
- J-4 : インターフェースの設定温度
- J-5 : 現在サンプリング中の画分
- J-6 : マイクロジェット・クライオトラップのトラップ部の温度
- J-7 : 熱分解装置の動作経過時間
- J-8 : 熱分解装置の動作に要する時間

4.2 分析を始める前に

分析を始める前に弊社製熱分解装置の周辺装置（選択的試料導入装置・マイクロジェット・クライオトラップ等）の使用有無およびインターフェース温度とその制御モードを以下の手順により設定してください。

4.2.1 熱分解装置周辺装置の設定

4.2.1.1 使用する装置の選択

- (1) Fig. 4.3 の [F] Settings ボタン を選択して下さい。Fig. 4.4 の画面が表示されます。
- (2) パイロライザーと同時に使用する装置のチェックボックスにチェックマークを入れてください。
- (3) 雰囲気ガスとして空気を用いる場合には本マニュアルの 4.2.1.3 項を参照して下さい。
- (4) [OK] を押して下さい。

4.2.1.2 周辺装置の略称の定義

CGS: キャリヤーガス切換え装置
SS: 選択的試料導入装置
MJT: マイクロジェット・クライオトラップ
AS: オートショット・サンプラー

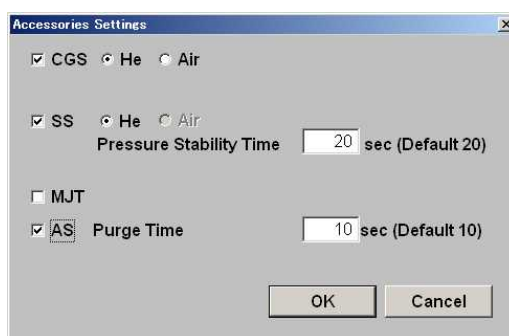
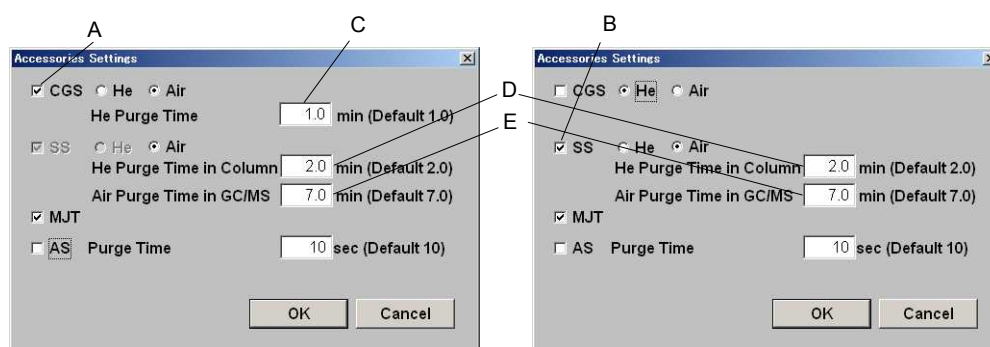


Fig. 4.4 周辺装置の設定

4.2.1.3 雰囲気ガスに空気を用いる場合の設定

この項目は、雰囲気ガスに空気を用いて分析を行う方法についての説明です。この分析を行う場合には、空气中で試料を加熱した後にキャリアガスをヘリウムに切り換え、カラムと検出器内をヘリウムに置換してから測定を行う必要があります。この分析を自動で行うためにはマイクロジェット・クライオトラップ（MJT-1030Ex）、選択的試料導入装置（SS-1010E）が必要です。さらにキャリアガス切換え装置（CGS-1050Ex）との併用をお勧めします。以下はこれらを用いた場合の設定方法です。手動で行う場合には深い知識と経験を要しますので、弊社（cs@frontier-lab.com）までご相談ください。

- (1) Fig. 4.5 でマイクロジェット・クライオトラップおよび選択的試料導入装置のチェックボックスにチェックマークを入れてください。
- (2) キャリヤーガス切換え装置(CGS-1050Ex)を自動制御する場合は、Fig 4.5(a) の A で Air を選択して下さい。キャリアガス切換え装置を使用しない場合、あるいは手動制御で使用する場合は、Fig. 4.5(b) の B の選択的試料導入装置の項目で Air を選択してください。



(a) キャリヤーガス切換え装置を自動制御する場合

(b) キャリヤーガス切換え装置を自動制御しない場合

Fig. 4.5 雰囲気ガスに空気を用いる場合の周辺装置の設定

- (3) C の“He Purge Time”は、キャリアガス切換え装置が雰囲気ガスを空気に切り換えた後、熱分解装置のヘリウムガスが空気に十分に置換するまでの時間です。通常は初期値の 1.0 min を使用してください。
- (4) D の“He Purge Time in Column”は、カラム内のヘリウムガスが空気に十分に置換するまでの時間です。通常は初期値の 2.0 min を使用してください。
- (5) E の“Air Purge Time in GC/MS”は試料の空気雰囲気中における加熱が終了してから、カラムと検出器内の空気をヘリウムガスに完全に置換するまでの時間を意味します。特に質量分析計を検出器に用いる場合には、質量分析計内の空気を排出してからフィラメントに通電する必要がありますので、MS機種によって異なりますが、通常、初期値の 7.0 min を使用してください。



注意

空气中での熱分解など、キャリアガスを一時的に空気に変更する場合には、カラム温度を上げる前に、必ず空気からヘリウムなどの不活性ガスへの置換時間を十分にとってください。空気が残留している状態でカラム温度が上がると、カラムに深刻なダメージを与える恐れがあります。また、質量分析計のフィラメントが切れるなどの不具合を誘発する可能性もあります。

4.2.2 インターフェース温度の設定

インターフェース温度の設定には、加熱炉温度により自動制御する Auto モードと、常に設定された一定温度で制御する Manual モードがあります。これは Fig. 4.3 中の E-4 で選択します。通常は Auto モードに設定して下さい。Manual モードに設定した場合には常に Fig. 4.3 中 E-3 で設定した温度で制御されます。Auto モードを設定した場合には加熱炉の温度よりも 100°C 高い温度で制御されますが、E-3 で設定したインターフェース温度が上限温度となります。例として E-4 を Auto モードとし E-3 を 300°C として、加熱炉を 50°C から 500°C まで昇温した場合の加熱炉温度とインターフェース温度の変化状態を Fig. 4.6 に示します。インターフェースの初期温度は 150°C に自動設定され、昇温開始後は加熱炉の温度よりも 100°C 高い温度で上昇し、最終的に上限温度の 300°C に達します。

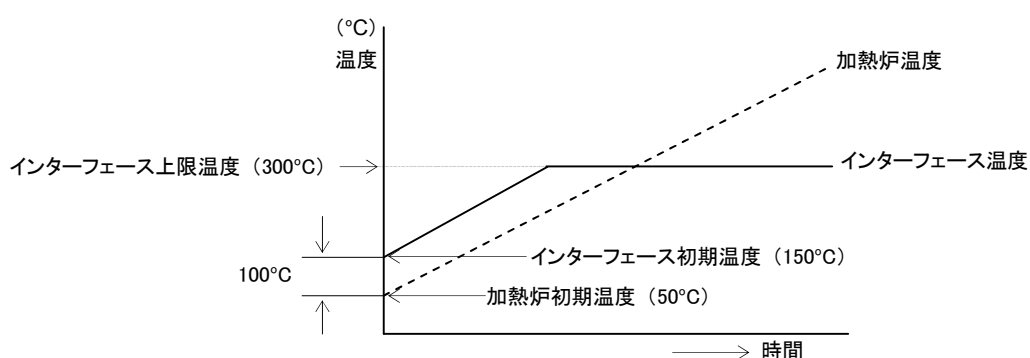


Fig. 4.6 インターフェース温度の自動制御モード

4.3 各分析モードにおける条件設定と操作例

分析モードには、“Single-Shot Analysis”、“Double-Shot Analysis”、“Direct EGA Analysis”、“Heart-Cut EGA Analysis”の4種類があり、用途に応じて使用することができます。

4.3.1 Single-Shot Analysis における設定と操作手順

メニューバーから“Tools” – “Analytical Modes” – “Single-Shot Analysis”を選択するか、ツールバーの“Single-Shot Analysis”のアイコン（A）をクリックしてください。Fig. 4.7 の画面が表示されます。

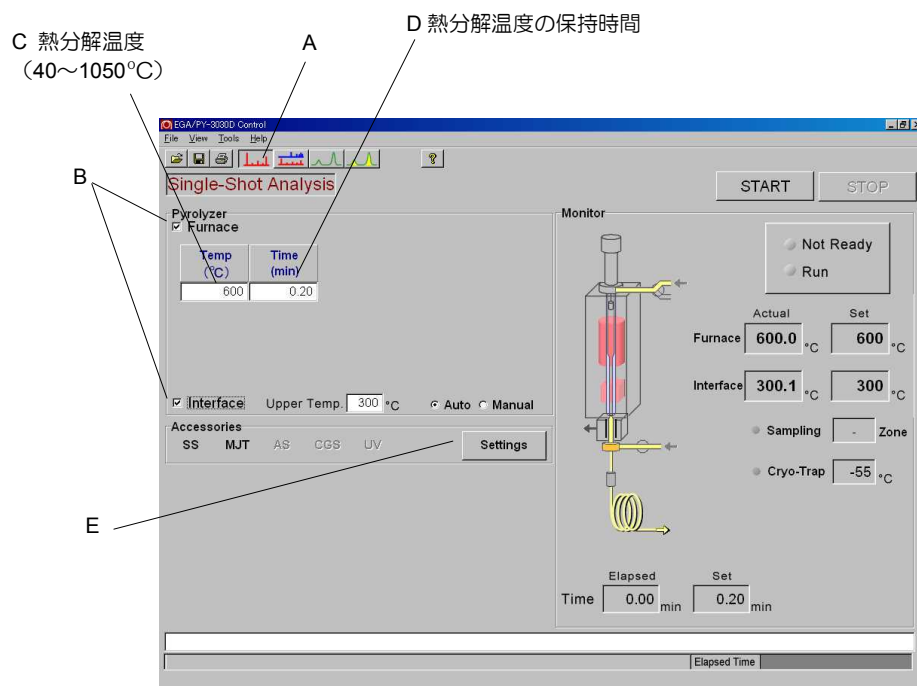


Fig. 4.7 Single-Shot Analysis の設定画面

- (1) “Furnace” と “Interface” のチェックボックス (B) にチェックマークを入れ、ヒーターを ON にしてください。
- (2) C に加熱炉の温度を入力し、温度を安定させてください。
- (3) D に任意の時間を入力して下さい。選択的試料導入装置を使用する場合は、(7)で “Start” ボタンをクリックしてから、D に入力した時間だけ “Sampling ON” となり、分離カラムに発生ガスを導入します。
- (4) 選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップなどの周辺機器を自動制御する場合には、E の “Setting” ボタンを選択して表示される周辺装置設定のチェックボックスにチェックマークを入れてください。
- (5) 試料をカップに入れてサンプラーに付け、熱分解装置に取り付けます。次に、取り付け部の死空間をパージするために、約 2 分待ちます。

《ダブルショットサンプラーをシングルショットモードで使用する時は、サンプラー頭部を持って押し下げ、シングルショットの固定位置で使します。》
- (6) “START” ボタンを押します。
- (7) GC、加熱炉、インターフェース、選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップなどの準備が確認されると Fig. 4.8 のダイアログボックスが表示されますので、手動で熱分解装置の試料落下用ボタンを押して、試料カップを落下させた直後にダイアログボックス中の “Start” ボタンをクリックするか PC キーボードの “ENTER” キーを押してください。

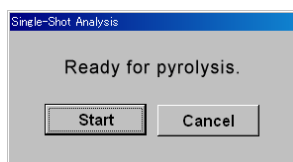


Fig. 4.8 Single-Shot Analysis のスタートダイアログボックス

4.3.2 Double-Shot Analysis における設定と操作手順

メニューバーから“Tools” – “Analytical Modes” – “Double-Shot Analysis”を選択するか、ツールバーの“Double-Shot Analysis”のアイコン (A) をクリックして下さい。Fig. 4.9 の画面が表示されます。この分析モードでは、熱脱着 (TD) と、熱分解 (PY) を行います。

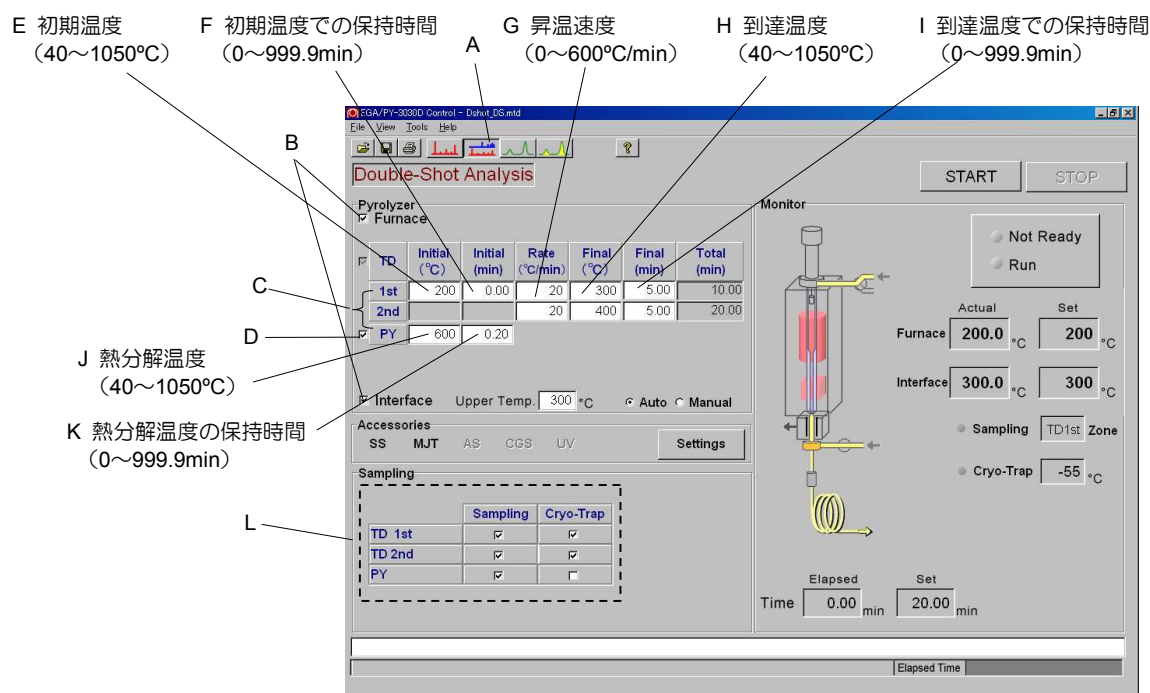


Fig. 4.9 Double-Shot Analysis の設定画面

- (1) “Furnace” と “Interface” のチェックボックス (B) にチェックマークを入れ、ヒーターを “ON” にしてください。
- (2) E～I には熱脱着条件を入力します。熱脱着を 1 ステップのみ実行する場合は、G の “Rate” の項目の 2 段目に 0 を入力してください。
- (3) 熱分解を続けて実行する場合は、D のチェックボックスにチェックマークを入れ、J～K に熱分解条件を入力してください。
- (4) 選択的試料導入装置で自動サンプリングする場合、およびマイクロジェット・クライオトラップで自動冷却捕集する場合には、L で各段階ごとにチェックマークを入れてください。
- (5) 試料をカップに入れて、熱分解装置に取り付けます。《ダブルショット法では、死空間のパージをするために、1-4 ページのサンプラーの側部空気パージナットを緩め、約 2 分後に再び閉じてください。この間、GC 注入口の圧力が不安定になるため、GC より警告音が発せられる場合がありますが、5 分以内であれば GC は停止しません。》

- (6) “START” ボタンを押してください。
- (7) GC、加熱炉、インターフェース、選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップなどの準備ができると Fig. 4.10 のダイアログボックスが表示されます。

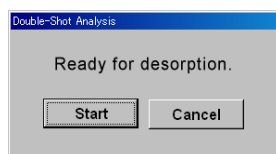


Fig. 4.10 Double-Shot Analysis の Desorption Program
スタートダイアログボックス

- (8) 熱分解装置上部のダブルショットサンプラーを手動で押し下げて、試料カップを加熱炉に挿入してください。その直後にダイアログボックス中の“Start” ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER” キーを押して下さい。《熱脱着の昇温プログラムが実行されます。》
- (9) 熱脱着昇温プログラムが終了します。(a) 熱分解を実行しない場合は GC がスタートし、加熱炉は初期温度に戻り動作は終了します。(b) 続いて熱分解を実行する場合は、Fig. 4.11 のダイアログボックスが表示されます。ダブルショットサンプラーの移動部を引上げて、試料カップを上部に位置させます。カラム入口圧が安定してから、“YES” ボタンを押してください。《GC がスタートし、同時に Fig 4.9 の J に設定した温度まで加熱炉の温度が上昇します。》

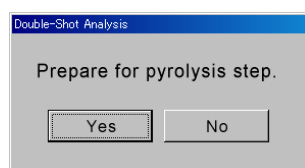


Fig. 4.11 Double-Shot Analysis の Desorption Program
終了ダイアログボックス

- (10) 熱脱着成分の分析が行われ、分析終了後 GC のオープンが初期温度まで冷却されます。
- (11) GC のオープンが初期温度まで冷却され、GC が “Ready” 状態になると Fig. 4.12 に示すダイアログボックスが表示されます。手動でサンプラーの試料落下用ボタンを押して、試料カップを落下させた直後にダイアログボックス中の“START” ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER” キーを押してください。《GC がスタートします。》

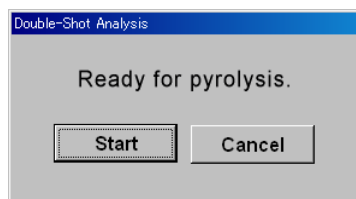


Fig. 4.12 Double-Shot Analysis の熱分解スタートダイアログボックス

以上で一連の操作は終了です。一連の操作の模式図を Fig. 4.13 に示します。

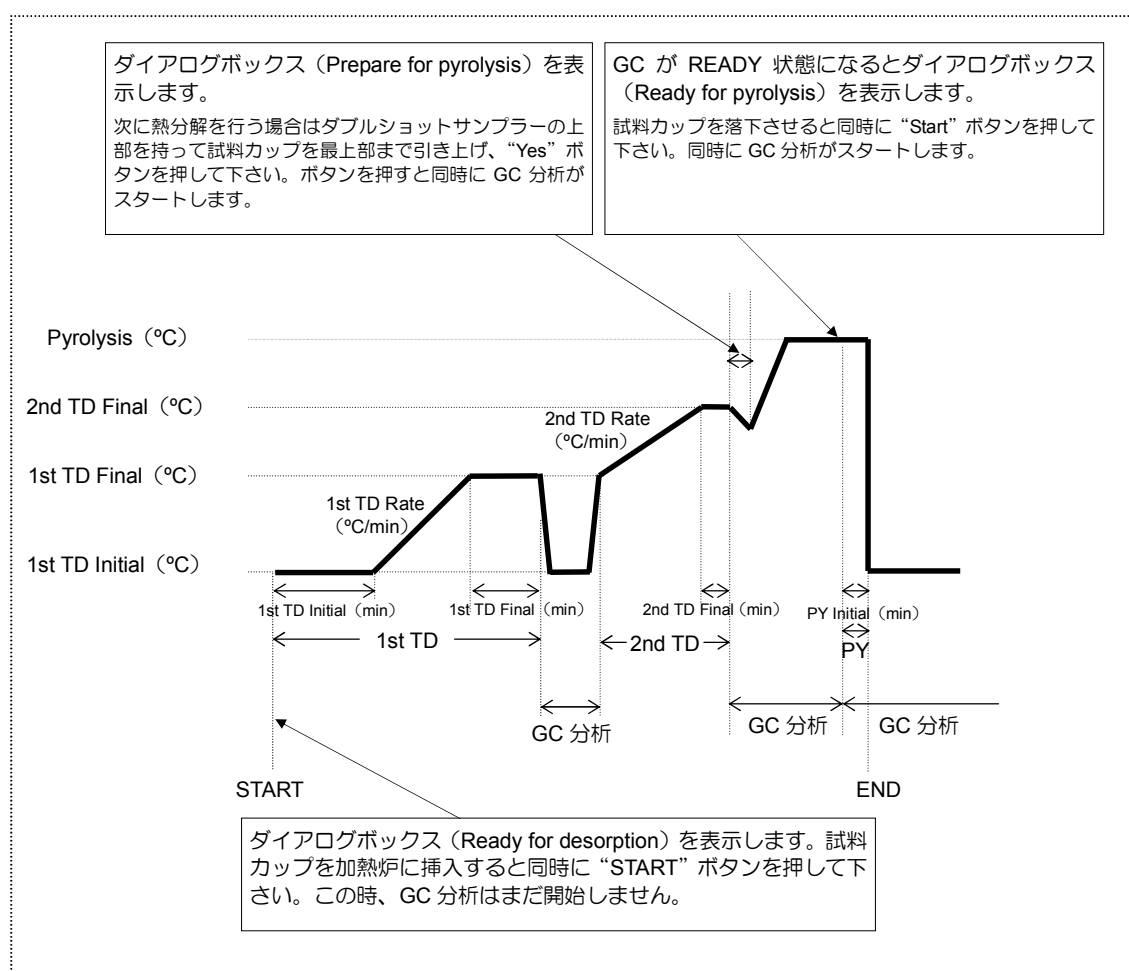


Fig. 4.13 Double-Shot Analysis のプログラム実行模式図

4.3.3 Direct EGA Analysis における設定と操作手順

本分析では、分離カラムの代わりに、発生ガス分析用キャピラリーチューブ（部品番号：UADTM-2.5N）で注入口と検出器間を接続します。また、GC オープン温度は一定温度（250～300℃）に設定してください。

メニューバーから“Tools” – “Analytical Modes” – “Direct EGA Analysis” を選択するか、ツールバーの“Direct EGA Analysis” のアイコン（A）をクリックして下さい。Fig. 4.14 の画面が表示されます。

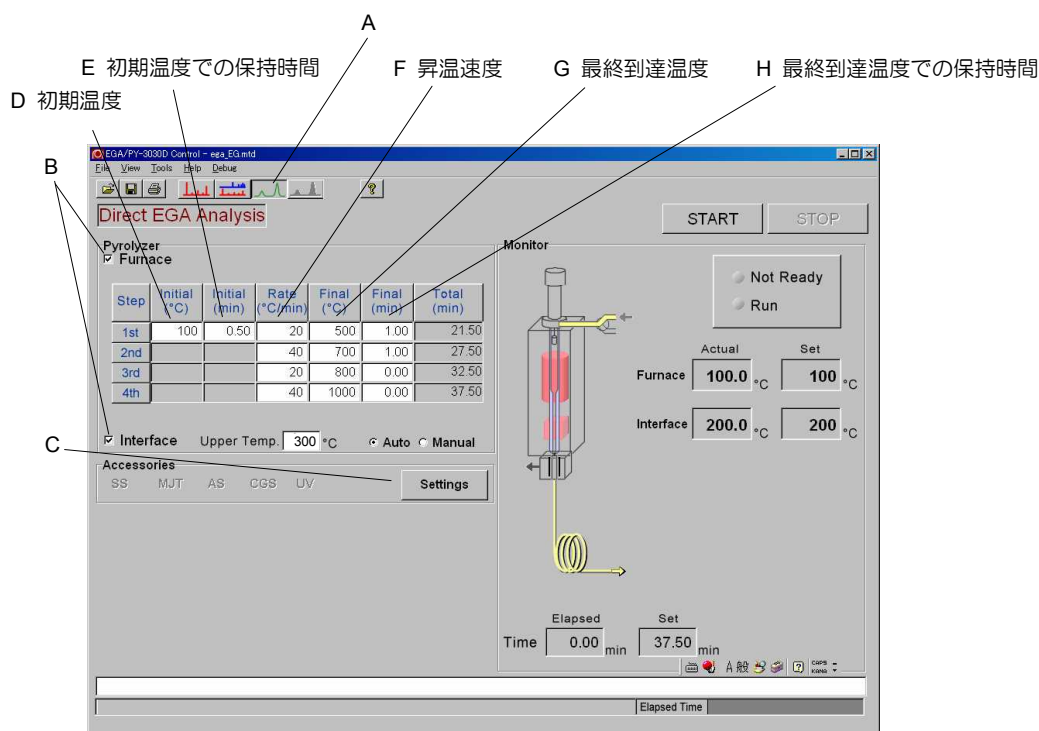


Fig. 4.14 Direct EGA Analysis の設定画面

- (1) “Furnace” と “Interface” のチェックボックス（B）にチェックマークを入れ、ヒーターを“ON”にしてください。
- (2) Step1 の昇温プログラムを D～H に入力してください。
- (3) Step2 の昇温プログラムを入力して下さい。Step2 以降の“Rate (°C/min)” に 0 を入力すると、その後のプログラムは実行されません。Step4 までの昇温プログラムを使用する場合の概念図を Fig. 4.15 に示します。“Direct EGA Analysis” では Step1 のみで一段昇温を行うのが一般的です。
- (4) 選択的試料導入装置を自動制御する場合には、C の“Settings” から開くダイアログで SS の項目にチェックマークを入れてください。

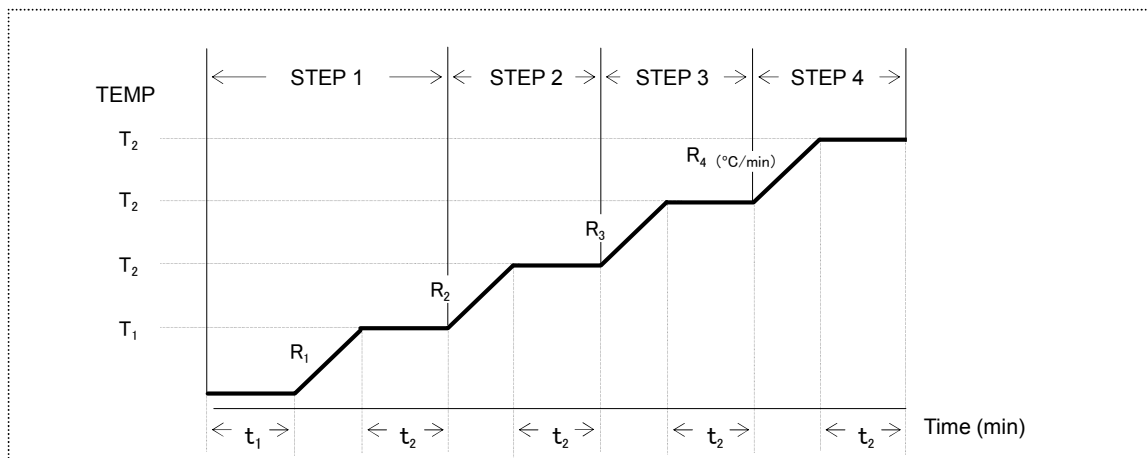


Fig. 4.15 EGA 多段昇温プログラムの概念図

- (5) 試料をカップに入れてサンプラーに付け、熱分解装置に取り付けます。取り付けてから、取り付け部の死空間をパージするために、約 2 分待ってから次に進みます。
- (6) “START” ボタンを押してください。
- (7) GC、加熱炉、インターフェース、選択的試料導入装置などの準備ができると Fig. 4.16 のダイアログボックスが表示されますので、試料カップを加熱炉に落下させると同時にダイアログボックス中の“Start”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER” キーを押してください。

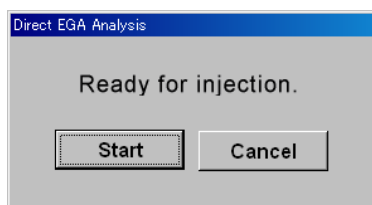


Fig. 4.16 Direct EGA Analysis のスタートダイアログボックス

4.3.4 Heart-Cut EGA Analysis における設定と操作手順

このモードで分析を行うためには、選択的試料導入装置（オプション）が必要です。また、発生ガス中の C_{15} 以下の低沸点成分も分析したい場合には、冷却トラップが必要となりますので弊社のマイクロジェット・クライオトラップをご使用されることをお勧めします。

“Heart-Cut EGA Analysis” では“Direct EGA Analysis” によって得た発生ガス曲線（EGA 曲線）をもとにして、サンプリングする各ゾーンの範囲（溶出時間）とサンプリングの有無を決定し、選択的試料導入装置を用いてそれらを GC カラムに自動的に導入して分析します。分析例としてセラミック複合材料を $100 \rightarrow 600^\circ\text{C}$ ($20^\circ\text{C}/\text{min}$) の加熱条件で得た EGA 曲線を Fig. 4.17 に示します。

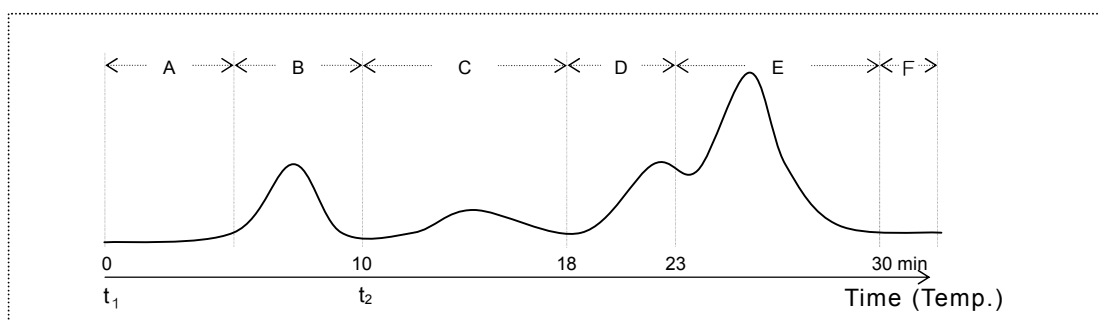


Fig. 4.17 セラミック複合材の EGA 曲線

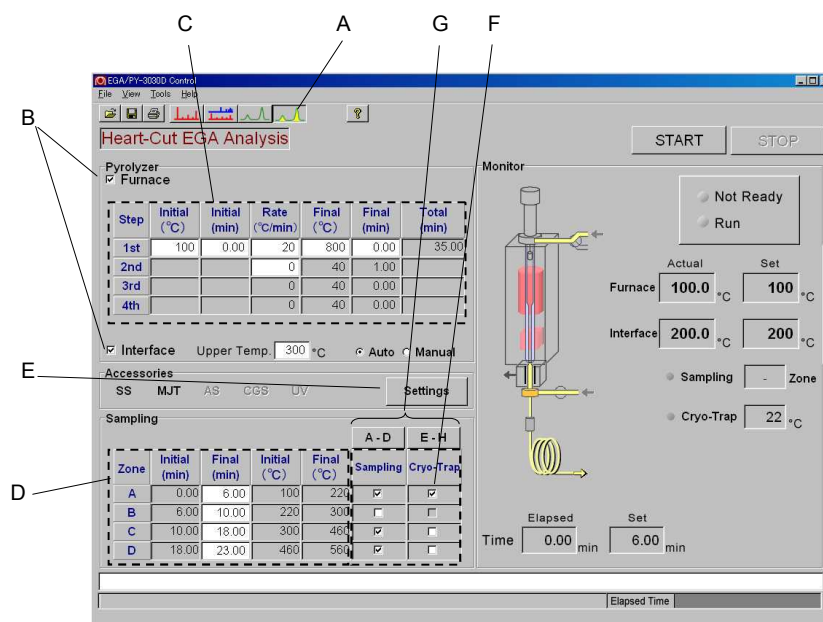


Fig. 4.18 Heart-Cut EGA Analysis の設定画面

メニューバーから“Tools” – “Analytical Modes” – “Heart-Cut EGA Analysis”を選択するか、ツールバーの“Heart-Cut EGA Analysis”のアイコン（A）をクリックしてください。Fig. 4.18 の画面が表示されます。

- (1) “Furnace”と“Interface”のチェックボックス（B）にチェックマークを入れ、ヒーターを“ON”にしてください。
- (2) 昇温プログラムをCのテーブルに入力して下さい。入力方法は“Direct EGA Analysis”と同じです。
- (3) Fig. 4.17 の EGA 曲線から各 Zone の終了時間を決め、Dに入力して下さい。（MS を検出器として各イオンを用いるマスクロマトグラムを使用すれば、目的成分の溶出温度がより明確になります。）《各 Zone の Initial（min）には前の Zone の“Final（min）”が自動的に入力されます。Zone A の“Initial”は 0.0min（固定）から開始します。“Initial（℃）”および“Final（℃）”は自動計算され表示されます。》
- (4) 選択的試料導入装置およびマイクロジェット・クライオトラップを自動制御する場合には、E の周辺装置設定画面で、該当装置にチェックマークを入れてください。
- (5) 各ゾーンのサンプリングの有無、および自動冷却捕集の設定は、F のチェックボックスにチェックマークを入れることで可能です。
- (6) G のボタンによって A～D ゾーンと、E～H ゾーンの各 4 ゾーンずつの設定画面を切り替えることができます。
- (8) 試料をカップに入れてサンプラーに付け、熱分解装置に取り付けます。次に、取り付け部の死空間をパージするために、約 2 分待ちます。
- (7) “START”ボタンを押して下さい。
- (8) GC、加熱炉、インターフェース、選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップなどの準備ができると Fig. 4.19 のダイアログボックスが表示されますので、熱分解装置上部のダブルショットサンプラーを手動で押し下げて、試料カップを加熱炉内に挿入して下さい。その直後にダイアログボックス中の“Start”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。

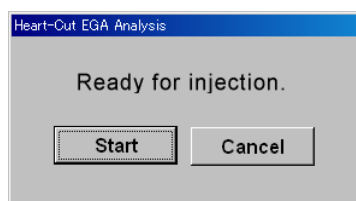


Fig. 4.19 Heart-Cut EGA Analysis のスタートダイアログボックス

以上で一連の操作は終了です。昇温プログラムの模式図を Fig. 4.20 に示します。

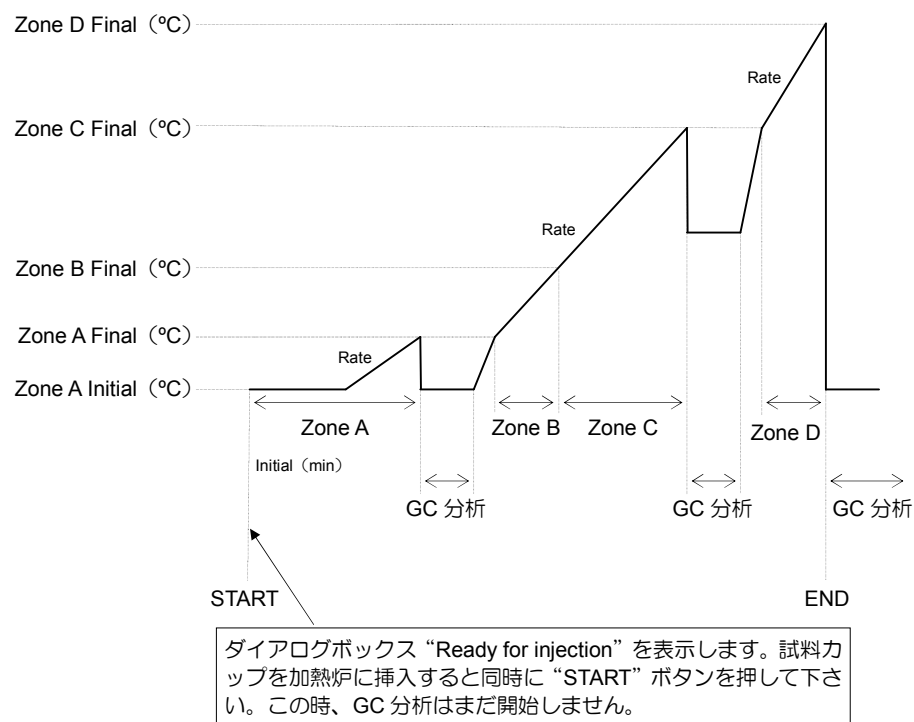


Fig. 4.20 Heart-Cut EGA Analysis のプログラム実行模式図
(Zone A - D を実行し、Zone B のみサンプリングを行わない場合の例)

4.4 その他の機能について

4.4.1 設定条件の保存と読み出し

設定条件にファイル名をつけて保存することが出来ます。設定が終わりましたらメニューバーから “File” – “Save As” を選択し、ファイル名指定して保存してください。ファイル名の後ろには、Table 4.1 に示すように自動的に分析モードに対応する文字が追加されます。例えば、“Single-Shot Analysis” の場合、ファイル名を Test.mtd と指定した場合、実際に保存されるファイル名は Test_SS.mtd となります。現在読み出ししているファイルに上書き保存する場合はメニューバーから “File” – “Save” を選択してください。読み出しは、メニューバーから “File” - “Open” を選択し、ファイル名を指定してください。

Table. 4.1 ファイル名に追加される文字の一覧

分析モード	ファイル名に追加される文字
Single-Shot	SS
Double-Shot	DS
Direct EGA	EG
Heart-Cut EGA	HC

4.4.2 加熱炉の温度補正と各種設定

“Tools” – “Maintenance” を選択してください。Fig. 4.21 が表示されますのでパスワードとして、3030 を入力し “OK” を押してください。Fig. 4.22 が表示されます。

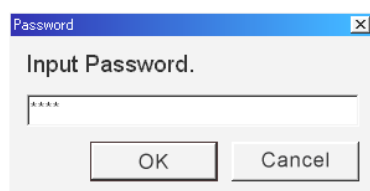


Fig. 4.21 パスワードの入力画面

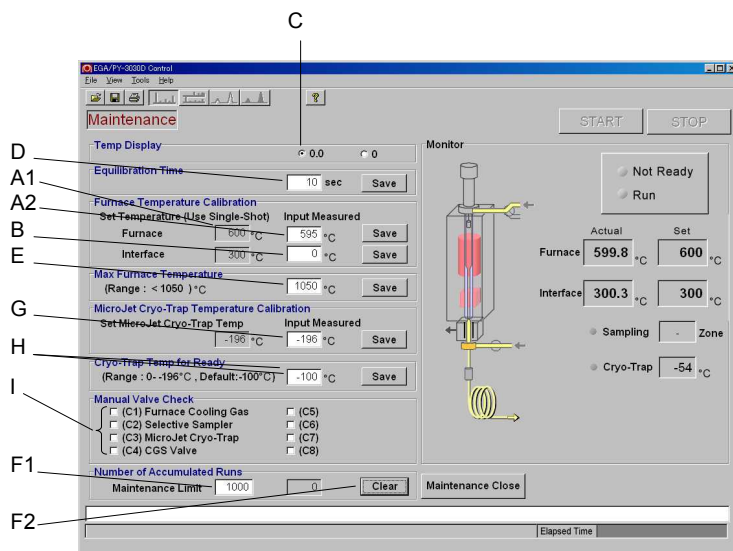


Fig. 4.22 加熱炉の温度補正と各種設定の画面

4.4.2.1 加熱炉の温度補正

加熱炉の温度を各種の温度計で実測して、その温度を入力することにより温度補正をすることができます。加熱炉の温度は分析結果に大きく影響する項目ですので、十分に熟知してから操作を行ってください。

- (1) 加熱炉の温度が設定温度で安定していることを確認してください。設定温度は A1 に表示されますが、この温度は“Single-Shot Analysis”で設定した加熱炉の温度が自動的に入力されます。
- (2) A2 に各種の温度計で測った実測温度を入力します。
- (3) “Save”を押して、温度補正を終了します。
- (4) この操作により温度が正しく補正され、表示温度と実測温度が一致していることを確認してください。一致していない場合には、上記の(1)～(3)の操作を繰り返してください。(Fig4.23)
- (5) インターフェースの温度は、同様に B で補正することができます。



注意

温度校正をするときは、取扱説明書に従い、正しく温度を測定してください。補正值の入力を誤ると、温度制御が正常に行われなくなります。

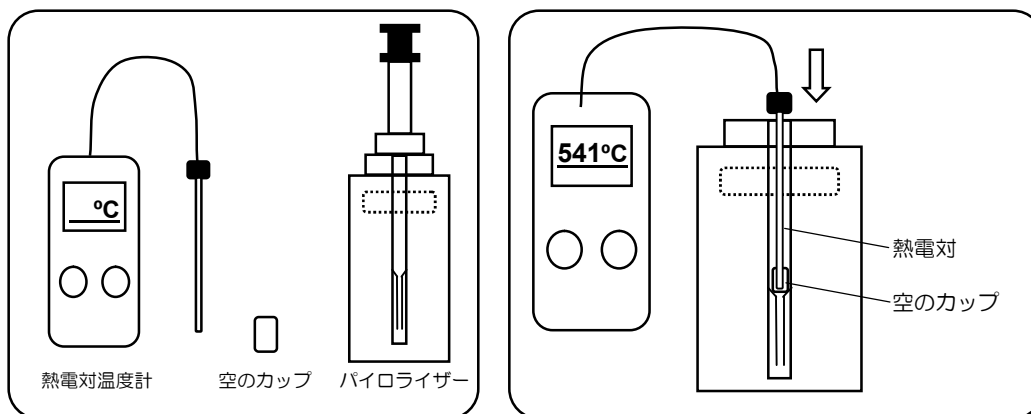


Fig. 4.23 熱電対温度計を用いた実測温度の測定

4.4.2.2 加熱炉の各種設定

- C: 加熱炉の実際の温度表示を、小数点第一位までか、整数表示かの切替え。
- D: 加熱炉、インターフェースの温度が設定温度に到達してから、次の動作までの平衡時間。
- E: 各種分析モードで入力可能な最高温度。
- F1: 連続使用回数の上限設定。ここで設定した回数以上の測定が行われると、装置のメンテナンスを促すメッセージが表示されます。メンテナンス後に F2 の“Clear” ボタンを押してください。

4.4.2.3 各種バルブの動作確認

本制御装置で制御しているバルブ（PY 用冷却空気、選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップ、キャリアガス切り替え装置（CGS-1050Ex）等の電磁弁）の開閉動作を、I のチェックボックスにチェックマークを入れることで行えます。“Maintenance” 画面を閉じると各バルブは通常動作となります。

4.4.2.4 マイクロジェット・クライオトラップの設定

- G: 温度センサーのキャリブレーション。
- H: 冷却捕集温度。この温度以下の状態を 90 秒間維持してから、マイクロジェット・クライオトラップの動作がスタートする。

4.4.3 設定条件の印刷

現在呼び出しているファイルの設定条件を印刷することが出来ます。メニューバーから “File” – “Print” を選択してください。

4.4.4 Py Conditioning Table による加熱炉温度のタイマー設定

“Tools” – “Py Conditioning Table” を選択してください。Fig. 4.24 が表示されます。この機能を用いて、加熱炉のコンディショニング等を行います。日時とその時間に設定したい加熱炉の温度およびインターフェースの温度を設定し、“Run” ボタンを押して下さい。Fig. 4.24 では、2012 年 3 月 10 日の 21 時に加熱炉の温度が 700°C、インターフェース温度が 300°C になり、その後 3 月 11 日の 0 時に加熱炉温度が 100°C、インターフェース温度が 200°C になります。RUN 状態になると、加熱炉等の設定ができませんので、ご注意ください。

	Date			Time		Furnace(°C)	Interface(°C)	
1	10	Mar	2012	00	21	700	300	Clear
2	11	Mar	2012	00	0	100	200	Clear
3				00	0			Clear

Run Stop Close

Fig. 4.24 Py Conditioning Table の設定

第 5 章 4 つの分析方法および測定試料採取法

4 つの分析方法（シングルショット法、ダブルショット法、発生ガス分析法、ハートカット EGA 分析）の分析手順を説明します。ソフトウェアの設定・操作の詳細は第 4 章を参照してください。
また、再現性に優れた分析結果を得るために重要な、測定試料の採取法について説明します。

5.1 シングルショット法の分析例

熱分解装置に設置した試料を、高温に設定した熱分解加熱炉に重力による自由落下で導入して、試料を熱分解する手法で瞬間熱分解法とも言われています。それにより生成した熱分解ガスを GC 分離カラムに導入して、分離分析（GC/MS）を行う手法です。

一般的な Py-GC/MS 法の分析装置を Fig. 5.1 に示します。試料を入れた試料カップをマルチショット・パイロライザーにセットした後で、550℃に加熱した熱分解炉の中心部に自由落下させて瞬間に熱分解させます。そして熱分解生成物は GC の split/splitless 注入口を通過し、そこで、約 1/10 から 1/100 に分割された成分が分離カラムに入り、通常昇温分析により分離分析し、その後、質量分析計（MS）や FID 等の検出器により検出されます。

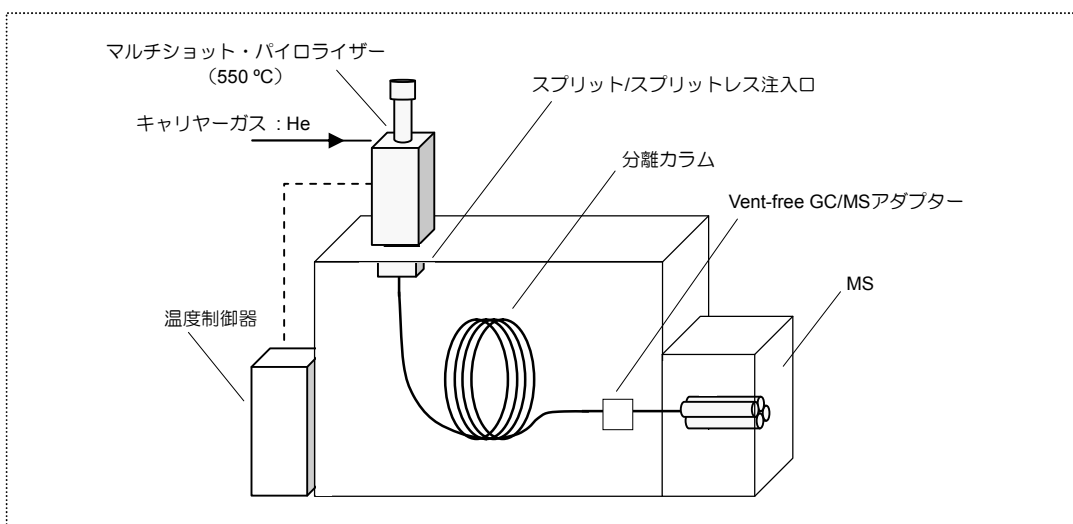


Fig. 5.1 Py-GC/MS 法の装置構成図

試料として同梱のマルチショット用標準試料（ポリスチレン）を使用した、シングルショット法による分析例を示します。この試料はポリスチレン 2.5 mg に対して約 5%（wt/wt）のステアリン酸メチルを添加したものです。試料が入ったバイアルに 0.5 ml のジクロロメタン、ベンゼン又はトルエンを入れて溶かして濃度 5 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ の溶液として使用します。

STEP1 測定装置の準備：キャピラリーカラムの取り付け

分離カラムを取り付けます。

STEP2 熱分解装置と GC の分析条件の設定 (Fig. 5.3 参照)

1. インターフェース温度 (ITF TEMP) は “Auto” モードとします。
2. 熱分解炉温度は “Single-Shot Analysis” の画面で設定します。

STEP3 試料の取り付け

1. エコカップ SF に試料を 5 μ l 採り、溶媒を揮発させます。
2. シングルショット用のスティック (エコスティック SF) を使用して、カップとスティックを一体化後に試料サンプラーに取り付けます。次に、試料サンプラーの上部スライド部を下げた状態でパイロライザーに取り付け、1 分以上待ちます (Fig. 5.2B)。

STEP4 各部の温度と圧力が安定したら、“START” ボタンをクリックします。

“Ready for injection” のダイアログボックスが表示されたらサンプラー上部の試料落下ボタンを押して、試料カップを加熱炉に落下・導入後 (Fig. 5.2B)、ダイアログボックス内の “Start” ボタンをクリックします。GC 分析がスタートします。

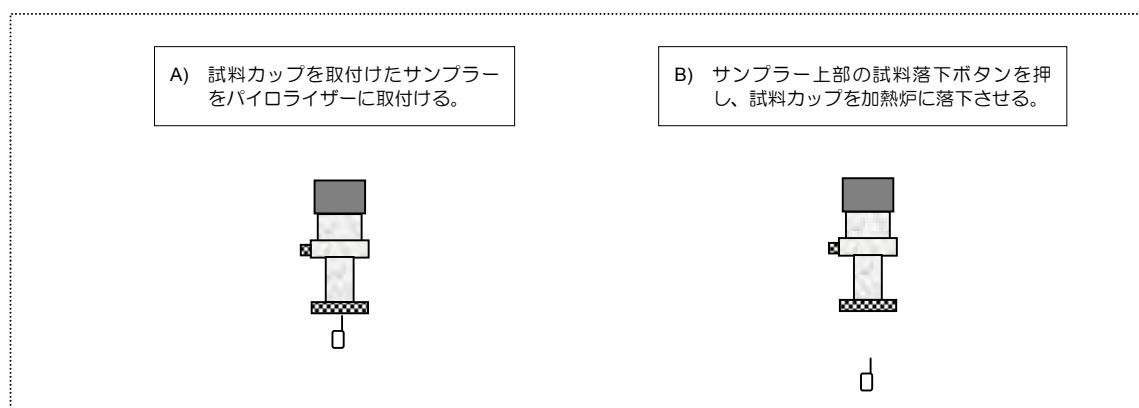


Fig. 5.2 シングルショット法における試料導入の手順

得られたパイログラムには、ポリスチレンの熱分解生成物であるモノマー、ダイマー、トライマーおよびステアリン酸メチルのピークが観測されます (Fig. 5.3)。

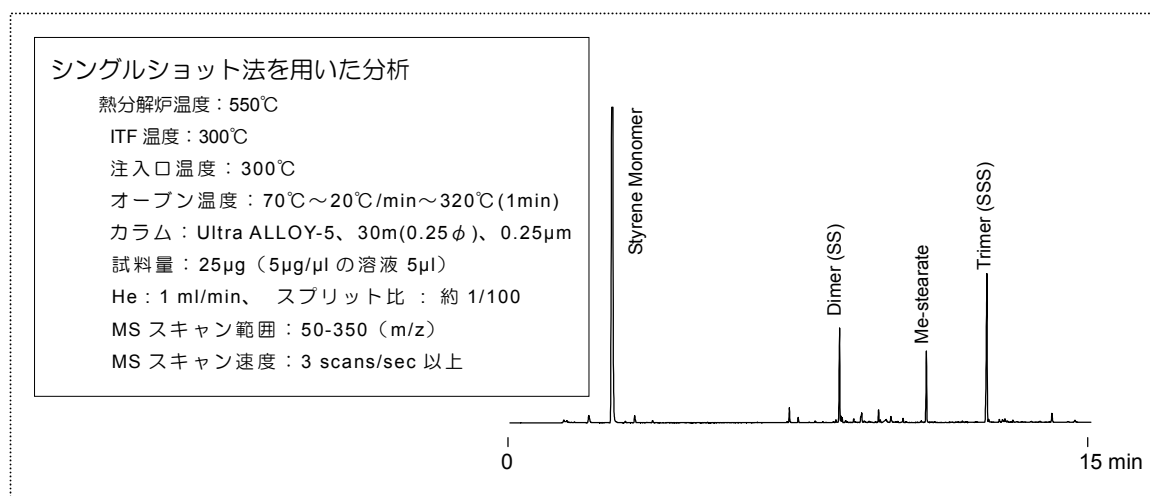


Fig. 5.3 シングルショット法によるパイログラム測定例

5.2 発生ガス分析（EGA）による分析例

試料を連続昇温加熱することにより、その中に含まれる揮発性成分に続いて高分子の分解による発生ガスが生じます。この発生ガスの発生状態を直接検出器（FID や MS）でモニターすることにより、試料の熱的特性をサーモグラムとして得ることができます。未知試料の分析では、始めに試料全体の熱特性を発生ガス分析により測定し、そのデータから、目的成分を絞り込むことが有効です。この発生ガス曲線から、揮発成分の熱脱着温度条件やポリマー成分の熱分解温度を推測することができます。

一般的な EGA 法の分析装置を Fig. 5.4 に示します。昇温可能なパイロライザーと検出器を発生ガス分析用の長さ 2.5 m、内径 0.15 mm の不活性金属キャピラリーチューブで接続し、300℃の高温に保ちます。試料を昇温加熱させることにより、熱脱着成分や、その構成ポリマーの熱分解に伴う発生ガスが Fig. 5.6 のように検出されます。）

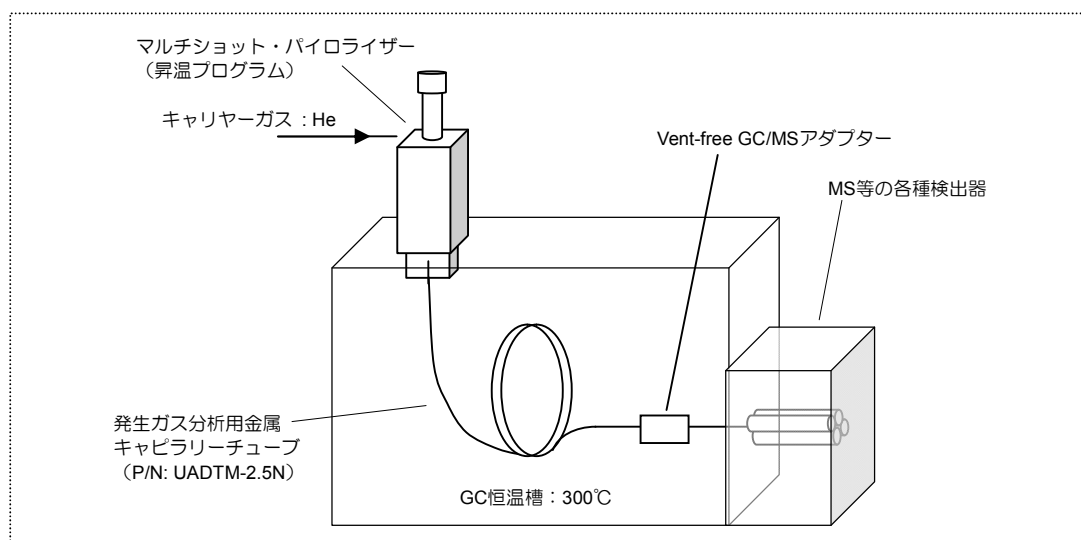


Fig. 5.4 発生ガス分析法の装置構成

試料として同梱のマルチショット用標準試料（ポリスチレン）を使用した、シングルショット法による分析例を示します。この試料はポリスチレン 2.5 mg にポリスチレンに対して約 5%（wt/wt）のステアリン酸メチルを添加したものです。0.5 ml のジクロロメタン、ベンゼン又はトルエンで溶かして（5 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ ）使用します。以下に分析例を示します。結果として得られた EGA サーモグラムから、ダブルショット法における熱脱着と熱分解温度条件を決定することが可能です。

STEP1 発生ガス分析用キャピラリーチューブ（0.15 mm id., 2.5 m）の取り付け

分離カラムの代わりに標準付属品の発生ガス分析用キャピラリーチューブを取り付けます。

STEP2 熱分解装置と GC の分析条件の設定（Fig. 5.6 参照）

1. “ITF TEMP” は “Auto” モードとします。
2. 熱分解炉温度は、“Direct EGA Analysis” の画面で設定します。

STEP3 試料の取り付け

1. エコカップ SF に試料を 5 μ l 採り、溶媒を揮発させます。
2. シングルショット用のスティック（エコスティック SF）を使用して、カップとスティックを一体化後に試料サンプラーに取り付けます。次に、試料サンプラーの上部スライド部を下げた状態でパイロライザーに取り付け、1 分以上待ちます(Fig. 5.5A)。

STEP4 各部の温度と圧力が安定したら、“START” ボタンをクリックします。

“Ready for injection”のダイアログボックスが表示されたらサンプラー上部の試料落下ボタンを押して、試料カップを加熱炉に落下・導入後、(Fig. 5.5B)、“Start” ボタンをクリックします。GC 分析がスタートします。

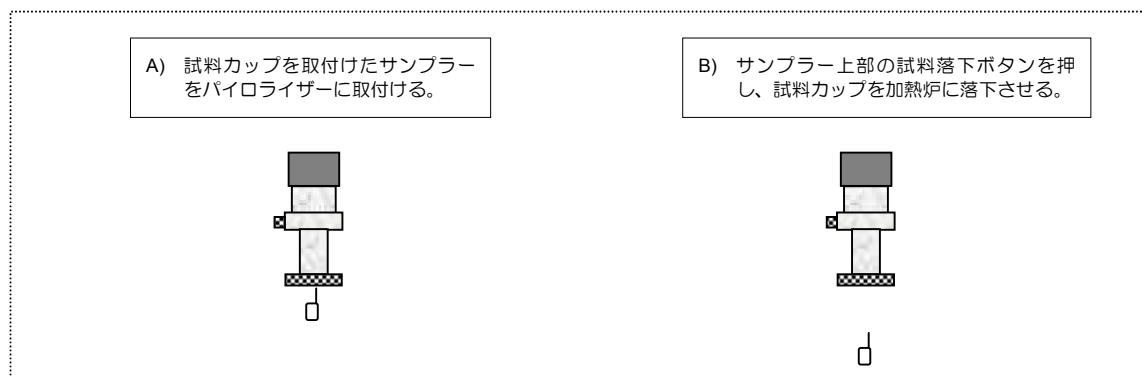


Fig. 5.5 発生ガス分析法における試料導入の手順

結果は、Fig. 5.6 のようになります。この EGA サーモグラムから、次のことがわかります。

- (1) 50℃から 200℃にかけて揮発性成分が観測される。
- (2) 350℃付近からポリマーの分解が始まり、500℃付近でその分解が終了している。

このことより、揮発性成分は熱脱着分析法により 50℃～200℃まで加熱することにより分析ができ、ポリマーの熱分解温度は 550℃が適当であると推測できます（ポリマーの熱分解終了温度より 50℃程度高い温度が、良好な再現性が得られる最適な熱分解温度の目安となります）。

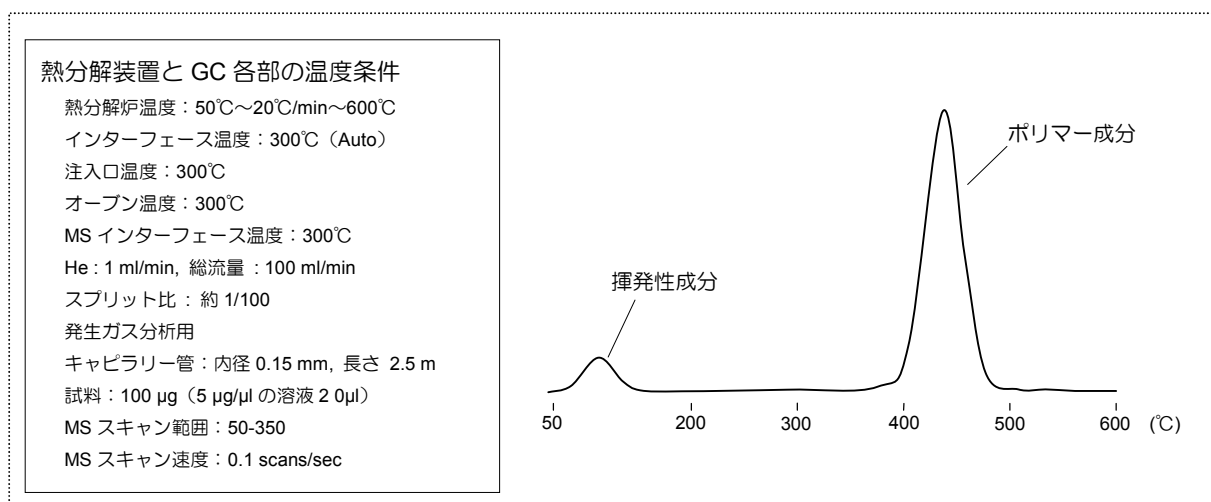


Fig. 5.6 EGA サーモグラム

5.3 ダブルショット法の分析例

この手法は、試料中の揮発性成分を熱脱着法により分析し、引き続いて残渣の基質ポリマーを瞬間熱分解法の二段階でする手法です。一般的な Py-GC/MS 法の分析装置を Fig. 5.1 に示します。試料には同梱のマルチ・ショット用ポリスチレン溶液を使用します。Fig. 5.6 に示した EGA サーモグラムの分析結果を利用して、熱脱着と自由落下による瞬間熱分解の分析条件を決めました。

STEP1 キャピラリー分離カラムの取り付け

標準付属品のキャピラリー分離カラムを取り付けます。

STEP2 熱分解装置と GC の分析条件の設定 (Fig. 5.8 参照)

1. インターフェース温度 (ITF TEMP) は “Auto” モードとします。
2. 熱分解炉温度は “Double-Shot Analysis” の画面で設定します。

STEP3 試料の取り付け

1. エコカップ LF に試料を 5 μ l 採り、溶媒を揮発させます。
2. ダブルショット用のスティック (エコスティック DF) を使用して、カップにスティックを装着後に試料サンプラーに取り付けます (Fig. 5.7 A)。次に、試料サンプラーの上部スライド部を引き上げた状態でパイロライザーに取り付けます (Fig. 5.7B)。取り付けてからサンプラーの側部空気パージナット緩め、約 2 分後に閉じることによって空気をパージします。

STEP4 熱脱着：各部の温度と圧力が安定したら、“START” ボタンをクリックします。

1. “Ready for injection” のダイアログボックスが表示されたらサンプラー上部を押し下げて試料カップを加熱炉に導入後、“Start” ボタンをクリックします。 (Fig.5.7 C)
2. 熱脱着のプログラムが実行され、終了すると、“Prepare for pyrolysis step” のダイアログボックスが表示されます。サンプラー上部を引き上げて、カラム入口圧が安定してから、“Yes” ボタンをクリックします。GC 分析が開始します。

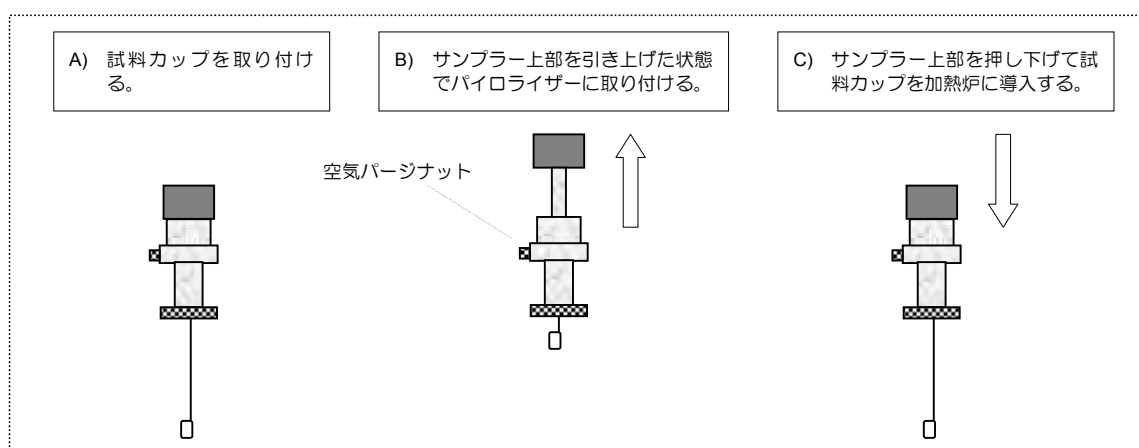


Fig. 5.7 ダブルショット法における試料導入の手順

STEP5 瞬間熱分解

熱脱着成分の GC 分析終了後、“Ready for pyrolysis” のダイアログボックスが表示されたら、サンプラー上部の試料落下ボタンを押して試料カップを加熱炉に落下・導入後、“Start” ボタンをクリックします。GC 分析が開始します。

ダブルショット法により得られた熱脱着と自由落下による瞬間熱分解による分析結果を、Fig. 5.8 の A-1)、A-2)に示します。

参考に、同一試料をシングルショット法で分析した場合を、B)に示します。A-1) と A-2)の混合した情報が同一パイログラムに存在しています。

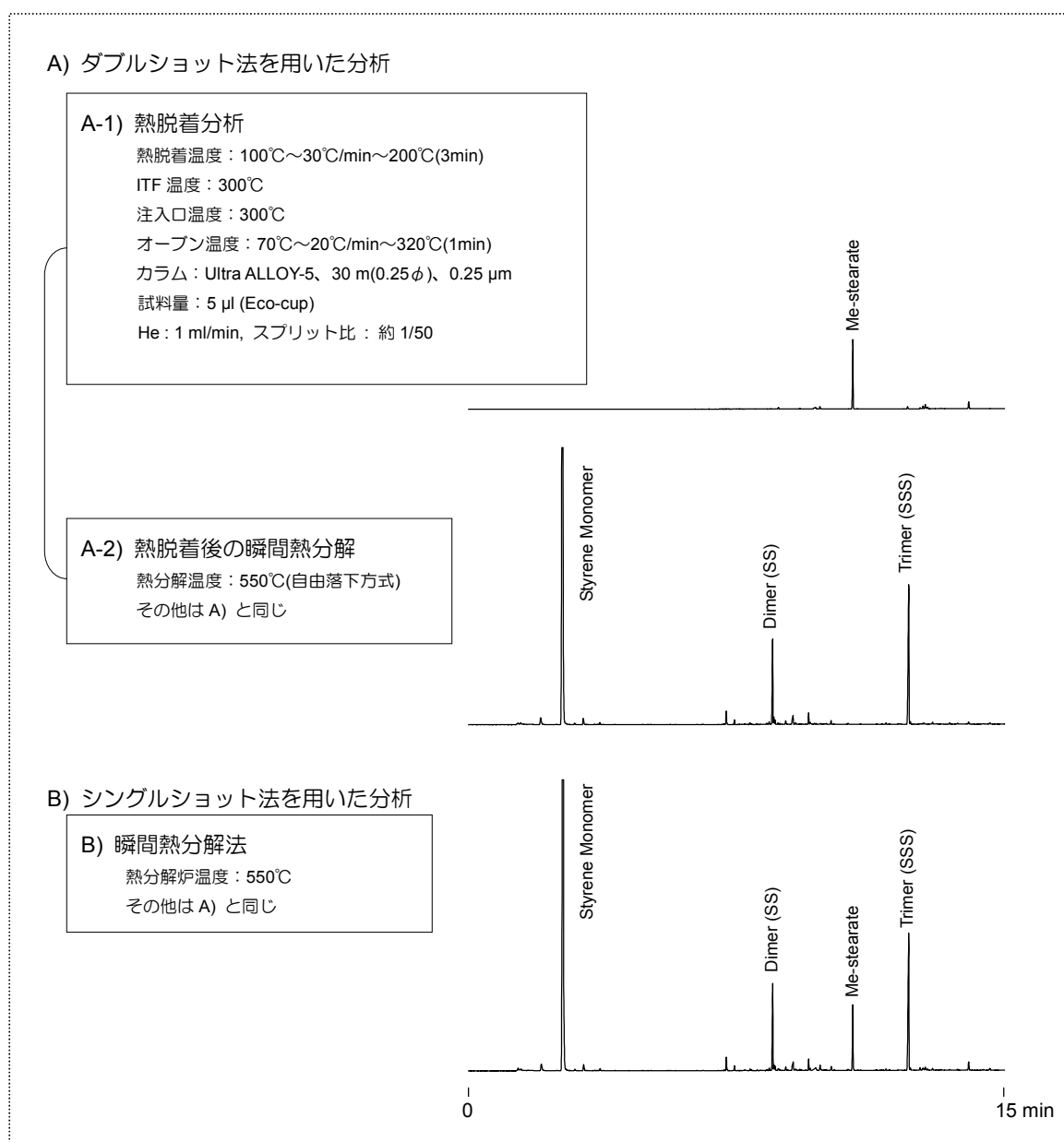


Fig. 5.8 ダブルショット法とシングルショット法による分析比較例

5.4 ハートカット EGA 法の分析例

予め行った発生ガス分析法により得たEGAサーモグラム中の、任意の温度画分で発生するガスを選択的に分離カラムに導入し、分離分析（GC/MS）を行う手法です。この手法で分析を行うためには、選択的試料導入装置（オプション）が必要です。また、発生ガス中の炭素数C15以下の低沸点成分を分析する場合には、冷却トラップが必要となりますので弊社のマイクロジェット・クライオトラップをご使用されることをお勧めします。一般的なハートカット EGA法の分析装置をFig. 5.9に示します。選択的試料導入装置とマイクロジェット・クライオトラップ装置を使用することにより、最大8つの温度画分までを、自動的にGC/MS分析することが可能です。

ここでは、セラミック複合材について測定したEGAサーモグラム（Fig. 5.10）をもとに、4つの温度画分を決め、各々の画分からの発生ガスをGC/MS分析します。

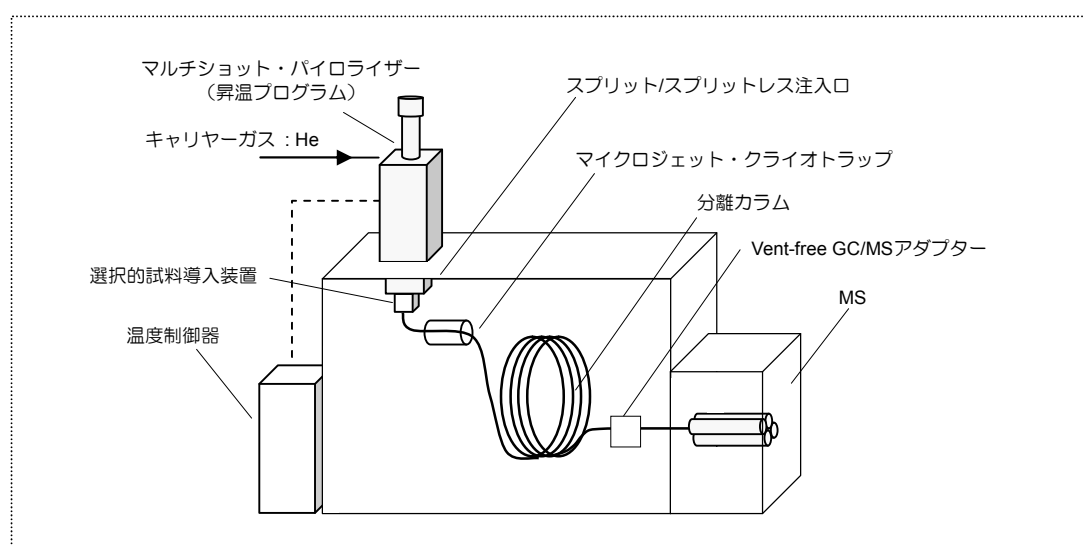


Fig.5.9 ハートカット EGA 法の装置構成

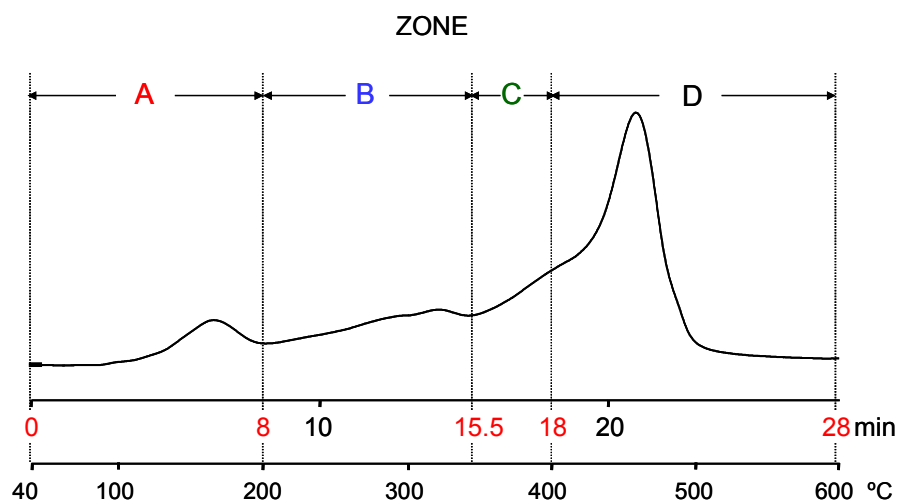


Fig. 5.10 セラミック複合材の EGA サーモグラム

STEP1 測定装置の準備

選択的試料導入装置、分離カラムを取り付けます。

STEP2 熱分解装置と GC の分析条件の設定 (Fig. 5.11 参照)

1. ITF TEMP は Auto モードとします。
2. 熱分解炉温度などの条件を“Heart-Cut EGA Analysis”の画面で設定します。

STEP3 試料の取り付け

1. エコカップ LS に試料を秤り採ります。
2. ダブルショット用のスティック（エコスティック DF）を使用して、カップにスティックを装着後に試料サンプラーに取り付けます。次に、試料サンプラーの上部スライド部を引き上げた状態でパイロライザーに取り付けます (Fig. 5.7B)。取り付けから空気パージナットを開いて空気をパージします。その後パージナットを閉じます。その後、システム安定まで数分待ちます。

STEP4 STEP4 各部の温度と圧力が安定したら、“START” ボタンをクリックします。

“Ready for injection”のダイアログボックスが表示されたらサンプラー上部を押し下げて試料カップを加熱炉に導入後、“Start” ボタンをクリックすると昇温プログラムが開始されます。各温度画分毎に昇温プログラムが完了すると、それぞれ GC 分析が開始します。

各々の画分からの発生ガスをGCMS分析して得られたクロマトグラムをFig.5.11に示しました。このように、各温度画分毎に分析することにより、発生ガスの詳細な分析が可能です。

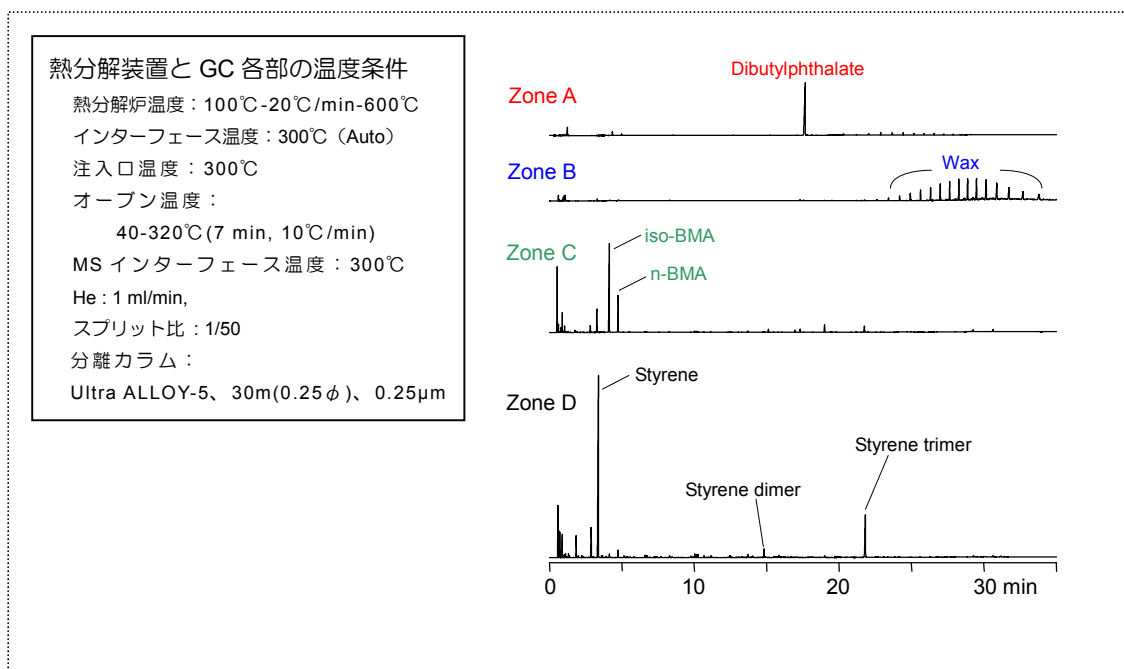


Fig. 5.11 各画分のクロマトグラム

5.5 測定試料の採取法

Py-GC/MSを用いるシングルショット（瞬間熱分解）法で、再現性に優れた分析結果を得るためには、試料形態とその量の選択が重要です。試料が溶媒に可溶性の場合は溶液化して、試料カップに入れた後に十分に溶媒を気化させてフィルム状にするか、溶媒に不溶の場合は、微粉末化した微量の試料を使用します。試料量は0.1 mg以下を目安としてください。熱脱着やEGA法では、目的ピークに応じて試料量を増加させてください。試料形態が粒状やブロック状で、測定毎の試料形態が不均一の場合は、ポリマーの熱伝導性が低いために、試料の均一加熱が困難となり、分析毎のパイログラムの再現性が低下します。このようなときは試料量を少なくして、薄膜状あるいは微粉末化することが必要です。

固体試料の微粉末化あるいはフィルム化には、次の4種の方法があります。この中で最も簡便な方法は以下に示すA1), A2)あるいはA3)法ですが、分析の再現性を得る観点から、A1)あるいはA2)法をお勧めします。



注意

試料をサンプリングする際には有機溶媒や鋭利な刃物を使用することがあります。換気のよいところで、手袋、安全メガネを装着して安全な作業をしてください。

フィルム化法

試料を溶媒に溶解させ、その一部を採取後に溶媒を気化させてフィルム化する方法で、薄膜が均一に得られるために最も優れたパイログラムの再現性が得られる方法です。しかし、熱硬化性ポリマーなどの溶媒に不溶な試料にはこの手法は不適です。

特殊な微粉末器具（ポリマープレッパ：P/N PY1-7510）を使用する方法

ニッケル薄膜上にランダムに形成された微小の切削面を有しているポリマープレッパを用いて、試料を室温において迅速で容易に、0.1 mm程度の微粉末とするものです。またポリマープレッパの裏と表の表面は2種類の切削凹凸形状を有しているため、試料微粉末粒の大きさが選択できます。使用後は、付属のクリーニングテープを、切削面に押し付けるのみで残留物を容易に除去できます。しかしこの手法は、柔軟なゴム等のエラストマー試料への適用は不適です。このような場合はA1)あるいはA4)の手法を適用します。

カッターを使用する方法

鋭利なカッターあるいは手術用のメス等を用いて、切削してできる限りの薄片にする方法ですが、均一な微粒子を得ることが困難であり、粒子形がばらばらの場合は分析間の再現性に劣る場合があります。

液体窒素と金属球を用いる凍結粉碎法

液体窒素中で固化した試料に、金属球を衝突させて微粉化する方式です。この方式では、微粉末化の後で容器を室温までもどしてから、試料を採取します。これは液体窒素を使うことにより、空気中の水分が粉碎容器表面に凝結するためです。また金属球による粉碎時点での微量金属汚染でパイログラムが変化することも懸念されますので、ご注意ください。

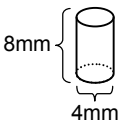
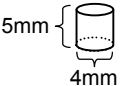
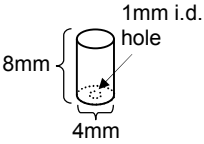
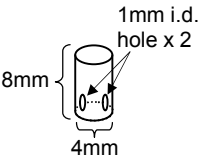
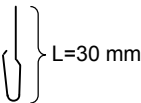
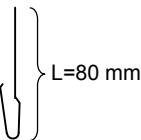


液体窒素を取り扱いますので凍傷を負ったり、大量にこぼれた場合は窒息の危険性があります。十分な換気の良い場所で、皮手袋や安全メガネなどの保護具を使用して作業を行ってください。また、凍結粉碎機を使用する場合には、製品に付属する取扱説明書に従い安全な作業を行ってください。

5.6 エコカップ・エコスティックの選択方法

エコカップ・エコスティックは分析の目的や、使用する分析法に応じてTable 5.1を参照して選択して下さい。
エコカップとエコスティックはステンレススチール製で、その表面はUltra ALLOYカラムの内面処理と同じく、高度不活性化処理をしています。カップ肉厚は全て0.1 mmです。

Table 5.1 エコカップ・エコスティックの選択方法

タイプ	外観	名称	部品番号	容量 (μ L)	AS-1020E での 使用可否	備考
エコカップ						
標準 L		エコカップ LF	PY1-EC80F (100 個入り)	80	可	全てのアプリケーション ^{*1} にご使用いただけます。加熱炉からの輻射熱を受ける面積が大きいので、多くのポリマー試料において、最適な熱分解温度がエコカップ SF よりも、約 30°C 低くなります。試料量が多目（数 mg 以上）の場合に便利です。
標準 S		エコカップ SF	PY1-EC50F (100 個入り)	50	不可	全てのアプリケーション ^{*1} にご使用いただけます。瞬間熱分解（シングルショット）法において、エコカップ LF よりも若干再現性が優れます。
フロー ルー		エコカップ LHF	PY1-EC80HF (20 個入り)	80	不可	C3-10 程度の低沸点化合物の測定において、標準の試料カップよりも良い分離が得られます。また、キャリアガス流量が低い（10 mL/min 以下）場合に問題となる、熱分解生成物の二次分解を抑えます。
横穴		エコカップ UV	PY1-EC80UV	80	可	マイクロ UV 照射装置 (UV/Py-GC/MS 法) を用いた測定に使用します。
エコスティック						
ショート		エコスティック SF	PY1-ES10F (50 個入り)	---	---	マニュアル操作による、シングルショット、EGA およびハートカット EGA 法を行う際に使用します。
ロング		エコスティック DF	PY1-ES20F (50 個入り)	---	---	マニュアル操作による、ダブルショット法を行う際に使用します。

*1 マイクロUV照射装置を用いたUV/Py-GC/MS法を用いた測定には使用できません。

第6章 メインテナンス

熱分解 GC システムは GC 単独とは大きく異なり、各部が複雑に絡み合った総合的なシステムです。そのため、装置の状態によりデータの良否が左右されますので据え付け後は、ユーザーによる日常及び定期的なメインテナンスが非常に重要となります。



高温注意

火傷する危険があります。メインテナンスを行うときは、加熱炉及びインターフェースの温度が 50°C 以下に下がっていることを温度表示で確認して作業を始めてください。

6.1 日常のメインテナンス

日常の使用状態で必要なメインテナンスは、主に試料カップと石英熱分解管ならびにインターフェース needles の汚染が対象になります。GC につきましては各社 GC の取扱い説明書を参照してください。

弊社ホームページのサポートページで、保守に関するビデオをご覧いただくことができます。合わせてご利用ください。

6.1.1 試料カップ（エコカップ F）の清浄化

6.1.1.1 エコカップ F の再利用について

- (1) 試料の種類や分析の目的によっては、試料カップを再利用することも可能です。
- (2) 再利用の際には、試料カップを 6.1.1.2 に示すように小型バーナーで 2 秒程度赤熱するか、600°C の電気炉で 1 時間程度加熱します。試料によっては、無機物やポリマーの燃えカス（炭素）がカップ内に残存します。その場合には、綿棒などを用いて除去した後、アセトンやジクロロメタンなどの揮発性溶媒で洗浄し、乾燥してからご使用下さい。
- (3) 一般的なポリマーのパイログラムの測定では、5 回程度は再利用しても影響はありません。
- (4) 使用毎の試料カップの不活性度の低下度は、試料の種類や量またはクリーニングの際の加熱時間とその温度などに依存します（高温で長い時間焼くほど活性度が上がりますのでご注意ください）。
- (5) 試料カップの再利用については、これらの要因を総合的に判断して、分析目的から「許容できる範囲」であるか否かを、分析者が最終的に判断して行ってください。特に、臭素系難燃剤（PBDE）の分析など、極性化合物、分解しやすい化合物の分析をする場合は、分析精度等を考慮してください。
- (6) カップを加熱せず、再利用する場合は、溶媒洗浄を行います。その手順を 6.1.1.3 に示します。

6.1.1.2 赤熱による清浄化

（最も簡便で、多くの分析の場合に有効です）

- (1) 試料残渣を綿棒等で取り除きます。ピンセットなどを使用する場合は、試料カップ内側表面に傷がつかないように気をつけてください。
- (2) 小型バーナーでFig. 6.1に示すように、1-2秒間赤熱させます。それ以上長く赤熱させると、試料カップの不活性度が低下して寿命を縮めることにつながります。
- (3) 常温に冷ましてから試料カップホルダーに置きます（やけどしないように注意してください）。



Fig. 6.1 小型バーナーで赤熱させる



注意

バーナーを使用する場合は、周囲に可燃物がないことを確認して、十分に換気の良い場所で安全メガネを装着して、安全に作業を行ってください。

6.1.1.3 溶媒を用いる洗浄化

（極性化合物が生成されるあるいは極性化合物を含む試料の分析の場合は、カップを加熱せず再利用します）

- (1) 試料残渣を綿棒等で取り除きます。ピンセットなどを使用する場合は、試料カップ内側表面を引っかくなどの傷がつかないように気をつけてください。
- (2) 洗浄する試料カップをビーカーにいれて、溶媒に浸し、試料カップに残っているポリマー試料や残渣を溶解または膨潤させます。使用する溶媒はポリマーを溶解又は膨潤させることができるものでかまいません。
- (3) 1分程度、超音波洗浄します。
- (4) 試料カップを溶媒から取り出し、綿棒などで、試料カップの内側を拭うようにしてクリーニングします。
- (5) 再度溶媒に浸し、軽くビーカーを揺らすようにして洗浄します。
- (6) 溶媒を取り替えて(3)～(5)を2～3回繰り返します。試料カップを溶媒から取り出し、乾燥後に使用します。



注意

溶媒を使用する場合は、安全メガネなどの保護具を装着して、発火源のない換気の良い場所で作業を行ってください。

6.1.2 石英熱分解管の交換と清浄化



注意

パイロライザー本体には先端が鋭利なインターフェースニードルが取付けられています。本体部が安定しておける場所で、安全メガネなどの保護具を装着して作業を行ってください。

6.1.2.1 石英熱分解管の交換方法

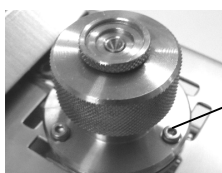
石英熱分解管は試料や使用温度状態にもよりますが、微量の無機物の蓄積やタール成分等により、次第に汚染してきます。一般的に一連の同種の分析が終わったところで清浄化もしくは交換することをお勧めします。以下に交換の方法を示します。



注意

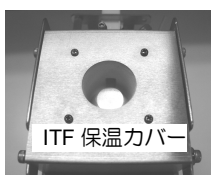
1. 加熱炉部が十分に冷えた状態で作業を行ってください。
2. 石英熱分解管は破損するとその部分は非常に鋭利で危険ですので、安全メガネ及び手袋などの保護具を装着して作業を行ってください。

- (1) サンプラーベースの 3 本の固定ネジを緩めます。オーリングは通常取り替える必要はありませんが、汚れなどにより、空気リークを生じることがあります。

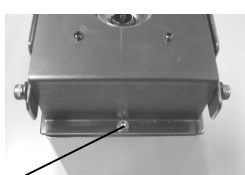
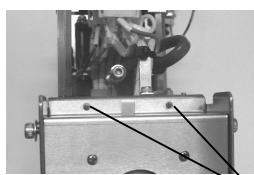


固定ネジ (3 本)

- (2) 加熱炉の ITF 保温カバーを取り外します。

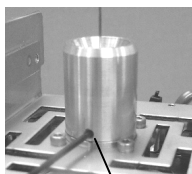


ITF 保温カバー



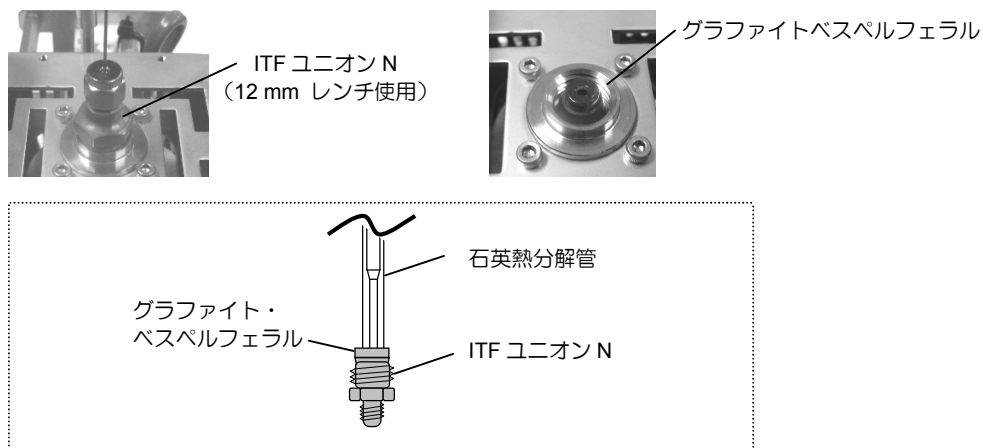
固定ネジ

- (3) 蓄熱アダプターを取り外します。

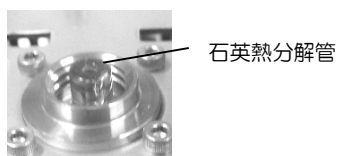


固定ネジ (2 本)

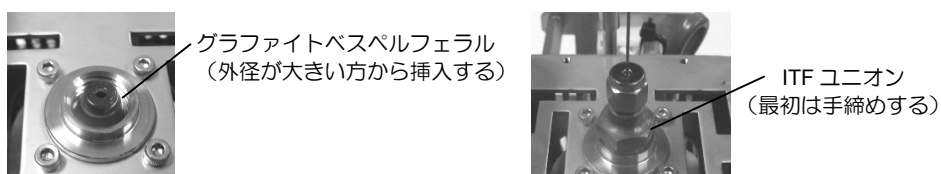
- (4) ITF ユニオン N を 12 mm レンチを使用して取り外します。この時 ITF ユニオン部と石英熱分解管が一体となっていることがあります。その場合は、ITF ユニオン部を小型バーナーで焼いて、石英熱分解管を取り外します。ITF ユニオン N が石英熱分解管から外れている場合は加熱炉上部の液体試料サンプラーをはずして、付属の六角ドライバー（2 mm）を使用して上から石英熱分解管を押し下げて取り外します。



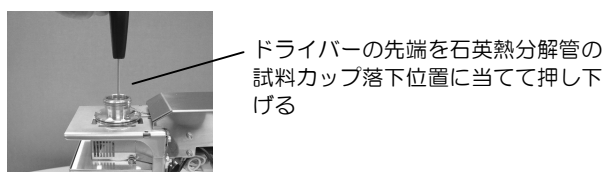
- (5) 新しい石英熱分解管又は清浄化した石英熱分解管の内径の大きい方を、加熱炉下部から挿入します。この時熱分解管を手で回しながら、サンプラーベース側に押し込みます。この時石英熱分解管は、加熱炉本体下部から 1~2 mm 程度出ます。



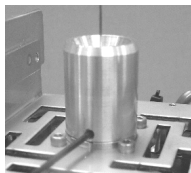
- (6) 新しいグラファイトベスペルフェラルを加熱炉下部に出ている石英熱分解管の向きに注意して挿入します。ITF ユニオンを手締めで固定します。



- (7) 加熱炉上部から付属品の六角ドライバーをゆっくり挿入し、石英熱分解管を押し下げて、ITF ユニオンと石英熱分解管の底面を合わせます。これをしないと、死空間によりパイログラムのピークがブロードになります。



- (8) ITF ユニオンを 12 mm レンチで 1/4 回転程度締めます。締める程度は石英熱分解管とグラファイトベス
ペルフェラルの公差により異なります。
- (9) 蓄熱アダプターを取り付けます。この時インターフェースのブロックと、隙間ができないようにしっかりと密着させます。



- (10) ITF 保温カバーを取り付け、その後 GC 注入口へ装着します。そして、GC 注入口のセプタムキャップを軽く締め付けます。
- (11) リークテストをします。
- ・ 分離カラムあるいは EGA チューブ出口をセプタムで塞ぎます。
 - ・ キャリヤーガスを流すと、カラム入口圧力が上昇し、GC へ接続した時のボンベ出口圧力と同一になります。もし、同一圧力にならない場合はリークがありますので、He リーク検出器を用いて対処してください。



注意

石英熱分解管と ITF ユニオンの接続をする場合、グラファイトベスペルフェラルはしっかりと締めてください。特に新しいグラファイトベスペルフェラルを使用した場合は温度を下げるとガス漏れすることがあります。その場合は、レンチを使用して 15 度から 30 度ほど増し締めをしてください。適正に締められている場合は、使用後インターフェースユニオンを取外すと、ユニオン、グラファイトベスペルフェラル並びに石英熱分解管が一体となって、それぞれを外すことができないほど固着しています。この場合温度を下げても漏れることはほとんどありません。

6.1.2.2 溶媒を用いる清浄化

試料量が多い場合には、熱分解時に生じた高沸点成分が石英熱分解管の上部（Fig. 6.2.の A 部）にも付着します。これは熱分解炉の温度を室温まで下げてから、試料取り付け部から下図のようにして溶媒で湿らせた綿棒でこすって除去します。完全に除去するためには石英熱分解管を取り外し、次の 6.1.2.3 の方法で洗浄します。

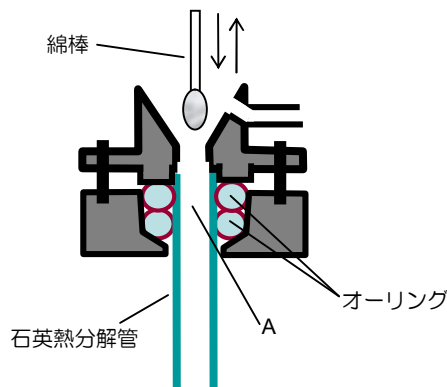


Fig. 6.2 汚染箇所と清浄法

6.1.2.3 バーナー炎を用いる清浄化



注意

バーナーを使用する場合は、周囲に可燃物がないことを確認して、換気の良い場所で安全メガネを装着して安全に作業を行ってください。

本作業はバーナーを使用しますので、指定された安全な場所で行ってください。また、加熱した石英熱分解管は、高温になりますので、耐熱手袋をつけて、安全めがねを装着して作業を行ってください。

- (1) 石英熱分解管を Fig. 6.3 に示すように小型バーナーで赤熱させます。（空気を流通させながら行うと効果的です。）
- (2) 熱した石英熱分解管は、転がらない安全な場所で、冷却してください。
- (3) 石英熱分解管は高温状態でも、外見では殆ど分かりませんので、室温の場合、15 分以上冷却します。

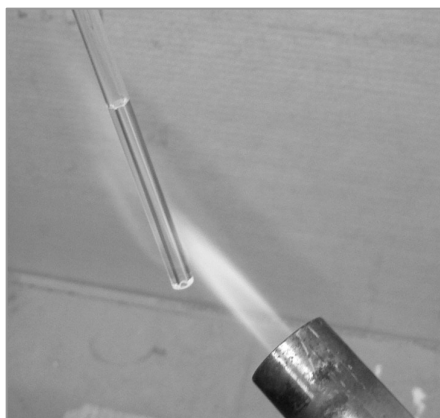


Fig. 6.3 小型バーナーで赤熱する

6.1.3 インターフェースニードル（ITF ニードル N）



注意

インターフェースニードルの先端は鋭利な針状です。取扱いをする場合は、安全メガネなどの保護具を装着して、安全な作業を行ってください。

6.1.3.1 試料由来の汚染による閉塞

ITF ニードル内の汚れの多くは、タール成分およびそれらが架橋した焼き付き成分です。溶媒に浸漬して超音波洗浄後取り付けますが、内部の状態は肉眼では見えませんので、改善が見られない場合は新品と交換します。日常分析においてはインターフェース部（ITF TEMP）の温度は 250 から 320℃ をお勧めします。

6.1.3.2 セプタム切片による閉塞

GC 注入口のセプタムをナットできつく締めすぎると、ITF ニードル N を挿入するときに、セプタムの切片がニードルの横穴を塞ぐことがあります。

- (1) ニードル先端部を小型バーナーで加熱して取り除くか（不活性ガスを流しながら行うと効果的です）。
- (2) ニードルに不活性ガスを流して先端をセプタムなどでキャップして内圧を高めておき、すばやくキャップを取り外すことによりガスが勢いよく放出します。この時にセプタム切片が横穴から確認できることがあります。それをピンセット等で取り除きます。



注意

ITF ニードル N をセプタムに挿入する際、セプタムが過度に締め付けられているとニードルを閉塞させる可能性があります。

セプタムナットはゆるく締めておき、ITF ニードルを挿入後、レンチで増し締めすると、ニードルが閉塞することを防止できます。この時レンチで強く締めすぎないように注意してください。

6.1.3.3 インターフェースユニオン（ITF ユニオン N）への接続について

ITF ニードルには金属フェラルが装着されています。ITF ユニオン N との接続には付属しているニードルナットを使用して、スパナを用いて締め付けてください。

温度を下げたときに、ナットが緩んでいることがあります。この状態でも金属フェラルはユニオンに固着しており、通常はガス漏れしませんが、メンテナンスをするときは、45 度から 90 度程度増し締めをしてください。

6.1.4 GC 注入口部

6.1.4.1 セプタム

インターフェース部と GC 注入口部は蓄熱アダプターで密着するように接続されます。このため、セプタムの温度は GC 単体で使用する場合と比べて 50°C 以上高くなりますので、セプタム（シリコンゴム）は熱劣化し易くなります。高耐熱性セプタムは、インターフェース部／注入口部温度設定を 300°C としたとき、1 ヶ月程度は連続して使用できます。但し、加熱炉を注入口から外した場合は、セプタムの交換が必要になる場合があります。

セプタムは表面処理済セプタム（消耗部品リスト参照）のご使用をお勧めします。高温で使用する場合にセプタムが融着するのを軽減します。

セプタムが金属部分に融着した場合は、100°C 以下に冷却した後、付着したセプタム部にヘキサンを塗布して膨潤させると、容易に取り除くことができます。

6.1.4.2 インサート

熱分解時の高沸点成分は、熱分解装置を経て GC 注入口に入りますが、注入口温度が低い場合は注入口に入っている ITF ニードル N 部とガラスインサートに蓄積して汚染します。汚染した場合はそのままの状態です。注入口温度を 350°C に設定し、カラムを外して 2～3 時間キャリアガスを流したまま空焼きしてください。日常ご使用の場合は 1～2 週間毎を目安に、インサート内部の汚れの点検をお勧めします。

6.1.4.3 カラム

カラムの劣化は主に使用状態（分析条件）、熱分解主成分（タール分によるカラム入口部分、あるいは全体にわたる汚染と熱分解に伴う反応性ガス、塩酸ガスなど）により劣化します。タール分は、その多くが昇温分析による高温での焼き付きによりカラム内部に強固に付着したもので、一般にはカラムの溶媒洗浄では除去不可能です。また HCl, HBr などの強酸性物質による劣化の場合は、性能復帰は困難です。これらのガス発生が考えられる場合は、注入口ガラスインサートに水酸化カリウム等を数%塗布したガラスウールや充填剤を入れて、酸性ガスをカラムに入れないようにしてください。

6.1.4.4 吸着トラップ管の交換

GC 注入口のスプリットラインに吸着トラップセットを装着している場合は、そのトラップ管（PY1-2216）を交換します。

6.2 定期メンテナンス

日常のメンテナンス以外に、3～4 ヶ月に一度定期点検を実施することをお勧めします。これはトラブルを未然に防止するため行なうものです。

6.2.1 熱分解加熱炉部

(1) 冷却ファン

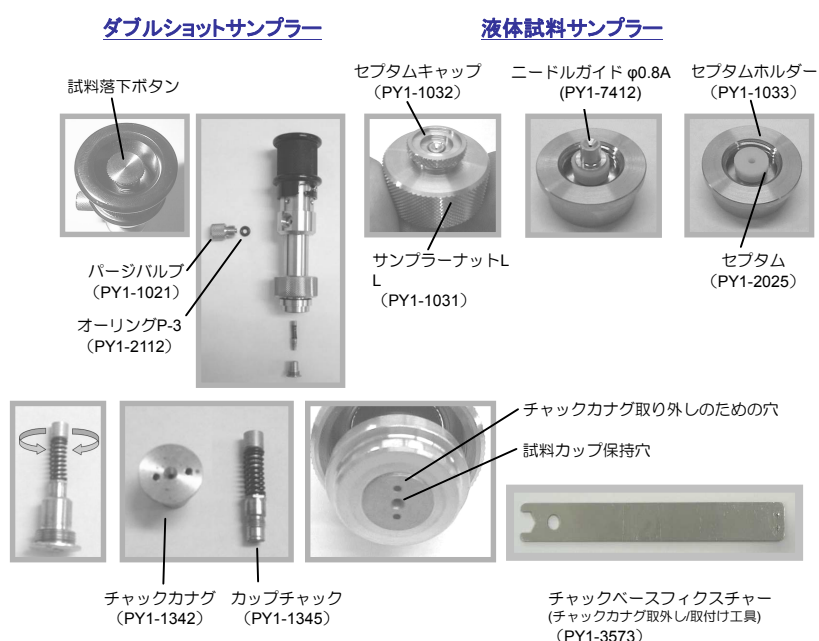
温度コントローラーの電源を入れると同時に、冷却ファンが速やかに回り始めるかどうかを点検します。速やかに回らない場合は、ファンを交換する必要があります。冷却ファンは、試料の待機位置を室温近くに保つために重要な働きをしております。試料待機位置の温度が 100℃ を超えると熱分解炉のヒーター電源を切る保護機能が作動します。

(2) 液体試料サンプラー

セプタム (P/N:PY1-2025) を交換します。日常使用しない場合は特にメンテナンスを必要としませんが、予期しないトラブルを避けるため、定期的にセプタムを交換することをお勧めします。

(3) ダブルショット・サンプラー

- a) スライドする部分がスムーズに動くことを確認します。硬かったり、引っ掛かりがある場合は、2, 3 度上下するか、分解して洗浄します。洗浄後は潤滑剤の塗布が必要です。ご希望の場合は弊社で分解洗浄を致します (有料) (潤滑剤を塗布しないと、摺動部が硬くて操作に支障が出ます)。
- b) ダブルショット・サンプラーのパージナット部に使用されているオーリングを点検します。このオーリングが不良の場合、ガス漏れの原因となります。
- c) サンプラーの取り付け面は鏡面仕上げとなっています。この部分に深い傷や汚れがある場合、ガス漏れの原因となります。未使用時にはこの面を傷つけないようにサンプラーをアルミホイル等で包んで保管してください。



- d) 試料カップを保持する試料カップチャックは消耗部品です。試料カップのスティックを確実に保持することができるか、また、リリースボタンを押した際は、確実に試料カップが落下することを確認します。異常がある場合は、上記の試料カップチャック（PY1-1345）の交換が必要です。お客様が交換可能です。お近くの弊社代理店又は弊社にご相談下さい。

(4) サンプラー取付け架台（試料サンプラー取り付け部）

サンプラーを取り付ける部分にオーリング P-12（P/N:PY1-7811）が取り付けられていますが、この部分が汚れているとガス漏れの原因となります。綿棒にメタノールを浸してオーリングを拭いてください。他の溶媒（アセトン、ジクロロメタン等）の使用は避けてください。

6.2.2 GC 注入口部

注入口のスプリット出口パイプは、長期間の使用による詰まりが十分に考えられます。これは主にタール成分ですので、パイプを系から外した後、溶媒を通して洗浄してください。洗浄後はガスを流した状態で小型バーナーによる加熱が有効です。また、吸着トラップセットを装着している場合は、そのトラップ管（P/N:PY1-2216）も合わせて交換します。パイロライザーの使用頻度が高い場合は、3~6 ヶ月毎の定期点検をお勧めします。



火傷する危険があります。

注入口温度が 50℃ 以下に下がっていることを確認して作業を行ってください。



注意

揮発性の有機溶剤で洗浄する場合は、よく換気された火気のないところで作業を行ってください。また、バーナーなど火気を使用する場合は、洗浄後よく乾燥させた後、揮発性有機溶剤などへの引火の恐れがない場所で作業を行ってください。

6.2.3 温度制御器部



注意

ケーブル類を取外して点検を行う際は、必ず電源を切り電源ケーブルを温度コントローラーから抜いて、作業を行ってください。

- (1) 熱分解装置のヒーター電源、温度センサーとコントローラー部を接続するケーブルに接触不良が無いことを確認してください。
- (2) 電源アースが取られていることを確認してください。

6.2.4 長期間使用しない場合

長期間使用せず、熱分解加熱炉部を GC からはずして保管する場合は、ナイロン袋などで全体を包み保管してください。これはインターフェース部に使用しているカートリッジヒーターの絶縁性を湿度から保護するために必要です。

6.2.5 推奨交換部品リスト

下表に示す部品は、保守を行う際に交換することを推奨する消耗部品です。交換の周期は使用状態により異なります。

使用部位	部品名称	部品番号	交換周期	備考
パイロライザー本体 (加熱炉部)	石英熱分解管 M30	PY1-3018M	随時	・一連の分析終了後。試料の種類、試料量並びに分析回数に依存 ・小型バーナーでの加熱クリーニングでも可
	グラファイトベスペルフェラル	PY1-7911	随時	・石英熱分解管 M30 の交換時
	ニードルセット N	PY1-1274	随時	・石英熱分解管 M30 の交換時を推奨 ・GC 注入口のセプタムをきつく締めすぎると、セプタム片でニードルを閉塞させることがある
	ITF ユニオン N	PY1-3513	1 年	・EGA/PY-3030D の標準付属品
	ITF ユニオン ASN	PY1-3533	1 年	・オートショットサンプラーを使用する場合に使用
	オーリング P-6W	PY1-2017	随時	・石英熱分解管 M30 のシール用、2 個使用
	エコピックアップ	PY1-EP55F	1 年	・オートショットサンプラーを常時使用する場合は使用しないので交換不要
	液体試料注入用サンプラー用セプタム 20 個入り	PY1-2025	1 年	・マイクロシリンジで試料注入しない場合は、点検のみで可
	オーリング P12	PY1-7811	1 年	・サンプラーベース用
	入り出口パッキン	PY1-2028	6 ヶ月	・キャリアーガス等配管の接続部に使用
ダブルショットサンプラー	カップチャック	PY1-1345	1 年	・磨耗によりエコスティックが保持できなくなる ・専用工具必要
	分解洗浄		2 年	・引き取り作業
	オーリング P-3	PY1-2112	6 ヶ月	
GC 関係	吸着トラップ管	PY1-2216	3~6 ヶ月	
	オーリング P-5	PY1-7814	3~6 ヶ月	・トラップ管交換時、4 個使用
	セプタム	アジレント社 PY1-7301	随時	・パイロライザー本体インターフェース部並びに GC 注入口温度を下げた場合に漏れが生じる場合は交換する ・パイロライザー本体部を注入口から取り外した場合は交換する
		島津製作所社 PY1-7304		
		その他 GC メーカー各社		

6.2.6 保守点検のお勧め

弊社では製品をより安全に且つ安定してご使用いただくために、2年に一度、弊社にお引取りをして、ヒーターや断熱材などの日常お客様が交換することができない部品の交換や点検を行う保守点検を実施することをお勧めしております。

第7章 トラブルシューティング

この章では、考えられるトラブルの症状ならびにそれらの対策について説明してあります。対策をしても問題が解決しない場合や、ここに述べられていない現象や故障が発生した場合は、弊社代理店または、弊社宛てにご連絡をお願いします。

7.1 熱分解加熱炉部

現 象	原 因	対策
ピークが出ない	ガス漏れ	7.3 参照 GC 注入口、検出器とカラムの接続部をチェックする。
	GC 検出器から信号が出ていない	GC の取扱説明書を参照。
ピーク幅が大きい	カラムの劣化	交換する。
	熱分解炉からカラム入口までの異常拡散	スプリット比を上げる。
	熱分解温度が低い	熱分解炉温度を 100°C 高くする。
テーリングする	カラムの劣化	交換する。
	熱分解炉からカラム入口までの異常拡散	スプリットベント流量を増す。
	熱分解温度が低い	熱分解温度を 100°C 高くする(三次元架構している試料はこの傾向が多い)。
高沸点成分の収率が低い 高沸点成分のピークがテーリングを示す	ITF 部や注入口の温度が低い	温度を高くする。 例：200→300°C (注入口セプタムは各 GC により耐熱性が異なりますが、特別な場合を除き、350°C 以上には設定しないでください)
	MS 使用時、GC/MS ITF の温度が低い	温度を高くする。
昇温分析中に GC 高温領域で常に異常なピーク（ゴースト）が出る	前回までの熱分解成分がカラムから溶出してない	選択的試料導入装置を使用して、カラムに入れる高沸点物を制限する。 耐熱性のすぐれたカラムを使用し、終了毎にカラム空焼き工程をいれる。
	セプタムゴムの破片がインサートに入っている	インサートをクリーニングする。
	熱分解管の汚染	6.1.2 を参照
石英熱分解管が ITF ユニオンと外れない	グラファイトベスベルフェラルの加熱収縮による現象	バーナー炎でフェラルを軽く加熱して、柔らかくして外す。外れにくい場合には、さらに加熱して、フェラルを炭化させて壊して外す。(この作業は有害ガスが発生するため、ドラフト内で行ってください)。

現 象	原 因	対 策
極性ピークが出ない	カラムの劣化	交換あるいは据付け時に使用した Ultra ALLOY カラム (UA5) で再チェックして、システムの活性度を確認する。
	ITF ニードルのタール成分への吸着	洗浄あるいは交換。
	石英熱分解管の活性	無機物の蓄積によるため、洗浄あるいは交換する。
パイログラムの再現性が悪い	ガス漏れ	7.3 参照。
	熱分解温度が不適	適切な熱分解温度に設定する (適切な熱分解温度は、EGA サーマグラム上で確認される、熱分解終了温度より 50°C 高い温度が目安となります)。
	試料量や試料形状が一定でない	試料量と形状を出来るだけ均一にする。
	試料によっては、良好な再現性を得ることが難しい試料もあります。問題が解決しない場合には、ポリスチレンのパイログラムの再現性が得られることで、システムが正常であることをまずご確認ください。	
加熱炉・ITF 温度が設定値に上がらない	温度の設定が OFF になっている	ON にする。
	ブレーカーが切れている	コントローラー背面の主ブレーカーの突起部を押し込む。
	ヒーターの断線	要修理
	温度制御器の故障	要修理
冷却用ガスが流れない	冷却用ガスが供給されていない	冷却用ガスの元栓、供給圧力を確認する。
	コントローラ裏部の電磁弁の動作不良	要修理
	800~1050°C からの冷却	加熱炉温度が 800°C 以上の場合には、冷却ガスは流れずに、自然冷却され、800°C 以下になってから冷却ガスが流れる。
セプタム交換時にゴムが完全に除けない	ゴムの熱分解に伴う接着現象	フロンティア・ラボ製の表面処理済セプタムを使用することで、軽減する。
昇温分析で最終温度でのベースラインの位置が高くなった (バックグラウンドが高い)	カラムの固定相液相の劣化に伴うブリーディング	溶媒で洗浄する (1 ml 程度のアセトンをカラム内に流した後、GC に接続しキャリアガスを流しながら、40°C に 30 分保持後に 10°C/min で昇温加熱して乾燥してください)。 他社製のカラムについては、各メーカーにお問合せ下さい。

7.2 温度コントローラー部

現 象	原 因	対 策
加熱しない	設定が OFF である	設定を ON にする。
	ブレーカーが落ちている	コントローラー背面の主ブレーカーの突起部を押し込む。
	供給電圧が低い	正規の電圧を供給する。
ピーと音がする	センサーケーブルが接続されていない、またはコネクターの接触不良	PY 加熱炉部からの接続ケーブルがコントローラー背面の POWER、SENSOR のコネクターに正しく接続されているか確認する。
	センサーが切れている	要修理
本体の冷却ファンが回らない	異物がファンに挟まっている	ガスの配管その他の異物がファンに接触若しくは挟まっていないか確認する。
	ファンの不良	要修理
	ファン用電源が供給されていない	ファンの電源ケーブルが、接続されているか確認する。接続されていない場合は接続する。回らない場合は修理が必要。
異常な温度を示す	センサーの接触不良	PY 加熱炉部からのセンサーケーブルのコネクターが正しく接続されているか確認する。
	温度校正を誤った	再度校正
	センサー回路の故障	要修理
低い温度（例:100℃ 以下）での制御が安定しない	ITF 温度が高すぎる	ITF の温度制御を Auto モードにする（Auto モードでは、加熱炉の温度より 100℃ 高い温度に自動制御します）。

7.3 トラブルシューティングの代表例

弊社パイロライザー使用時において発生するトラブルの原因は、以下の様なガス漏れや ITF ニードルの詰まりに起因します。

- ・ 空気リークにより、TIC 上のバックグラウンドの MS スペクトルにおいて、 m/z 28, 32 のイオン強度が高すぎる。
- ・ パイログラムの再現性が悪い。
- ・ カラム入口圧力が上がらない。
《キャリアガスの総流量の設定が少な過ぎる場合がありますので、総流量を 50 ml/min 以上に設定してください。》
- ・ キャリヤーガスの定流量制御下で昇温分析をすると、ある温度以上になると圧力が追従できなくなる。
《キャリアガスの供給圧力が低い場合がありますので、適正圧力を各社 GC のマニュアルで確認して設定してください。》

以下にガス漏れに対する、トラブルシューティングの手順を説明します。上記の現象が見られる場合は、以下の手順にてトラブルシューティングを行うことをお勧めします。



注意

先端が鋭利な ITF ニードル N が露出した状態での作業になります。安全メガネなどの保護具を装着して、安全な作業を行ってください。

(1) パイロライザーのガス漏れ検査

まず、パイロライザーを GC に取り付けた状態にて、以下のリークテストをします。

(1)-1 分離カラムあるいは EGA チューブ出口をセプタムで塞ぎます。

(1)-2 GC のスプリットベントおよびパージベントを塞ぎます。

(1)-3 キャリヤーガスを流すと、カラム入口圧力が上昇し、GC へ接続した時のボンベ出口圧力と同一になります。もし、同一圧力にならない場合はリークがありますので、He リーク検出器を用いて、その場所をみつけて以下の対処をしてください。

- ・ 石英熱分解管の上部をシールしているオーリングの緩み： 3 本の 6 角ネジの増し締め (Fig. 7.1a) またはオーリング (P-6W, P/N: PY1-2017) の交換
- ・ ITF ユニオン部 (Fig. 7.1b) のグラファイトベスペルフェラル又はグラファイトフェラルの緩み又は劣化：増し締め (過度の増し締めは石英熱分解管を破損することがありますのでゆっくり締めつけてください) またはフェラルの交換 (P/N: PY1-7911 グラファイトベスペルフェラル, PY1-7921 グラファイトフェラル)
- ・ ITF ニードル N の金属フェラル (Fig. 7.1b) の緩み又は劣化： 増し締め又は ITF ニードル N の交換 (ニードルと金属フェラルはニードルに固定されています。ニードルセット, P/N: PY1-1274)
- ・ 液体試料サンプラー (Fig. 7.1c) の緩み、オーリングの劣化又は異物の挟み込み： 増し締め (正常であれば指で締めるだけで十分に漏れは停止できます)、オーリング部及び試料サンプラーの鏡面部を、メタノールを浸した綿棒等でクリーニング、又はオーリングの交換 (オーリング P-12, P/N: PY1-7811)

上記部分に異常が認められない場合は、石英熱分解管の破損によるガス漏れの可能性があります。取り外して点検し、破損の場合は交換してください。

(石英熱分解, P/N: PY1-3018M)

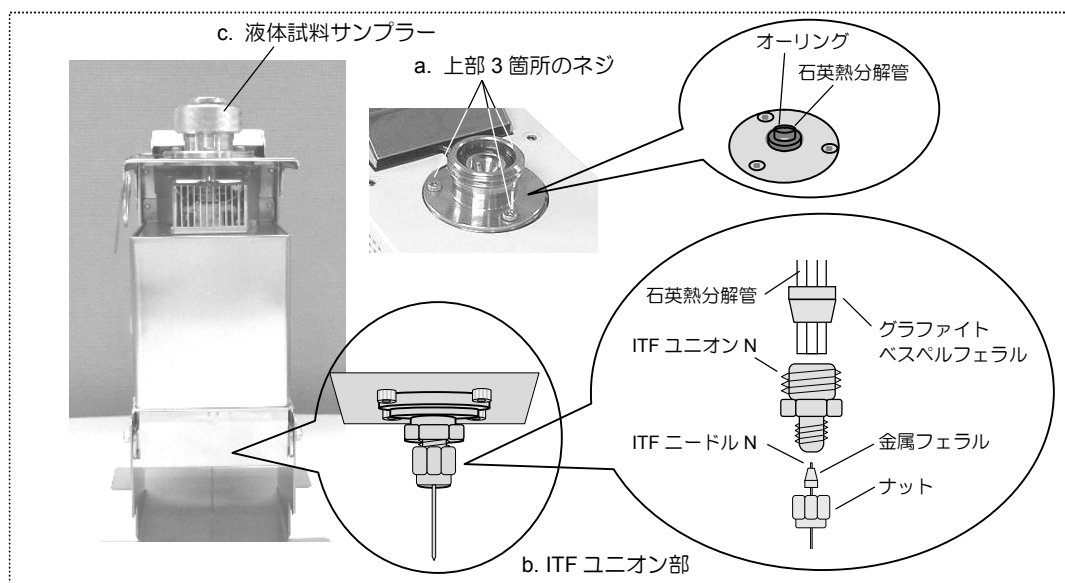


Fig. 7.1 ガス漏れチェック

(2) ITF ニードルの詰まりの検査

キャリアーガス総流量を 100ml/min、キャリアーガスのカラム流量を 1ml/min と設定し、それぞれが設定値になることを確認して下さい。(1)が正常であったにも関わらず、この項目で異常がある場合には、ITF ニードル N を GC 注入口へ刺す際に、セプタム片がニードル先端の穴を塞いだ可能性があります。この場合には、以下のような現象が同時に確認されます。ニードルの詰まりを解消し、GC 注入口のセプタムキャップの締め加減を少し緩くしてから、再度お試しください。

- ・ サンプラーを取り外し、パイロライザー上部を開放した際に、注入口圧力がゆっくりと低下する、または低下しない（正常な場合は、1～2 秒以内にほぼゼロに下がります）。
- ・ キャリヤーガス総流量が、始めは設定値まで上がるが、1 分程度後には設定値まで上がらず、最終的にはゼロになる。
- ・ 試料サンプラーを取り外す時、サンプラーのネジが硬くてまわしにくい。また、緩めたときに“プシュッ”とガスの噴出音が聞こえる。

以上の確認と対処を行っても、不具合が解消されない場合は、ご購入頂いた各販売店にお問合せ下さい。（他はお近くの代理店や弊社と記入されている）

7.4 制御ソフトウェアからのエラー表示一覧

エラー番号と表示	原因	対策
1. Heater	ヒーターの温度が上昇しない	PY 加熱炉部からの接続ケーブルがコントローラー背面の POWER コネクターに正しく接続されているかの確認
2. Sensor	温度センサーからの入力値が異常	[Furnace または Interface の場合] PY 加熱炉部からの接続ケーブルがコントローラー背面の SENSOR コネクターに正しく接続されているかの確認 [cryo-Trap の場合] マクロジェット・クライオトラップを使用しないときは、温度センサーコネクターが短絡されているかの確認
3. Overheating	異常な過熱	PY 加熱炉部からの接続ケーブルがコントローラー背面の SENSOR コネクターに正しく接続されているかの確認 解消しない場合は、[Furnace または Interface 表示の場合]ヒーターの故障が考えられます。また、[Sample cup standby position 表示の場合]冷却ファンの故障が考えられます。弊社代理店にご連絡をください。
4. COM Port	USB ケーブルの接続不良	PC 側の USB ケーブルを抜き、再接続する。
11. Connection	オートショット・サンプラーとの接続不良	(1) オートショット・サンプラーからの接続ケーブルがコントローラー背面の RS-232C コネクターに正しく接続されているかの確認 (2) オートショット・サンプラーの電源が ON になっているかの確認
12. Cup chute	オートショット・サンプラーにカップシュートが取り付けられていない	オートショット・サンプラーにカップシュートを正しく取り付ける。
13. Sample cup retrieval	オートショット・サンプラーにカップが正常に回収されない	(1) ガスリザーバーの供給圧力が 300kPa - 500kPa であるかの確認。 (2) ガスリザーバーからのバルブ制御ケーブルがオートショット・サンプラーの背面に正しく接続されているかの確認。 (3) サンプルカップの形状に異状がないかの確認。
21.Cryo-trap Temperature	MJT センサー部分が規定温度に冷却されない	(1) 熱交換コイルが室温の状態です Cooling ON にした時、圧力表示が 250～300kPa であるか確認。 (2) 液体窒素が十分な量かを確認。

第8章 基本性能（再現性）の保証

熱分解 GC システムは加熱炉から分離カラムを経て検出器に至るまでの全てが重要であり、データの高い再現性を得るためには、加熱炉、インターフェース、GC 注入口、分離カラムおよび検出器の各部が、それぞれに適切な役割を果たす必要があります。弊社では、EGA サーマグラムとパイログラムの再現性に関して、出荷する全ての装置で検査を行い、性能保証します。



注意

溶媒を使用する場合は、安全メガネなどの保護具を装着して、発火源のない換気の良い場所で作業を行ってください。



注意

分離カラムや、エコスティックなど、先端が鋭利な部品を取り扱います。安全のため保護メガネを装着して操作を行ってください。



高温注意

火傷する危険があります。加熱炉温度が高くなります。操作中は必ず保護カバーを取り付けてください。

ポリスチレンの発生ガス分析（EGA）法による EGA サーマグラムとシングルショット法によるパイログラムの再現性を保証します。

サーモグラムの再現性では、EGA サーマグラム上に観測される、ポリスチレンの熱分解に由来する、主ピークの頂点温度の再現性を、相対標準偏差（RSD%）で評価し、0.3%以下であることを保証します。

パイログラムの再現性では、内部標準物質として添加したステアリン酸メチル（Me-Ste）とスチレントリマー（SSS）とのピーク面積比の再現性を、相対標準偏差（RSD%）で評価し、2%以下であることを保証します。

Fig. 8.1 と Fig. 8.2 に分析条件と測定データの例を示します。

分析条件

ITF チューブ : EGA チューブ
(不活性化金属キャピラリー
長さ 2.5 m、内径 0.15 mm、固定相無し)

カラム流量 : 1.0 ml/min
スプリット比 : 1/100
オープン温度 : 300℃ (一定)
注入口温度 : 300℃
Py 加熱炉温度 : 100→550℃ (20℃/min)
Py-GC ITF 温度 : 300℃ (AUTO モード)

分析試料 : ポリスチレン (5 wt%のステアリン酸メチル含有)
試料量 : 125 µg (25 µg/µl のシクロロメタン溶液 5 µl)
試料カップ : エコカップ LF

検出器 : MS または FID
GC/MS ITF 温度 : 300℃
スキャン範囲 : 29-350 (m/z)
スキャン速度 : 0.1 scans/sec

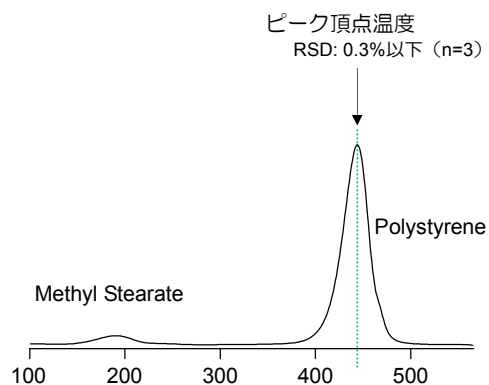


Fig. 8.1 サーマグラムの再現性の保証

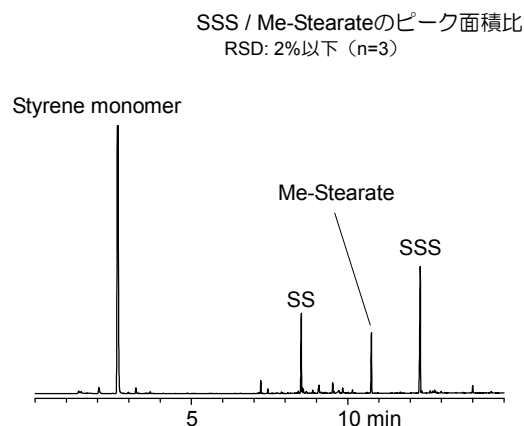
分析条件

分離カラム : Ultra ALLOY⁺-5
(5%フェニル 95%ジメチルポリシロキサン
長さ 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 µm)

カラム流量 : 1.0 ml/min
スプリット比 : 1/100
オープン温度 : 70→320℃ (20℃/min、1 min 保持)
注入口温度 : 300℃
Py 加熱炉温度 : 550℃
Py-GC ITF 温度 : 300℃

分析試料 : ポリスチレン (5 wt%のステアリン酸メチル含有)
試料量 : 25 µg (5 µg/µl のシクロロメタン溶液 5 µl)
試料カップ : エコカップ LF (同一カップ)

検出器 : MS (Autotune の値より 200V 下げる)
GC/MS ITF 温度 : 300℃
スキャン範囲 : 29-350 (m/z)
スキャン速度 : 3 scans/sec 以上



主なピークのマスマスペクトル

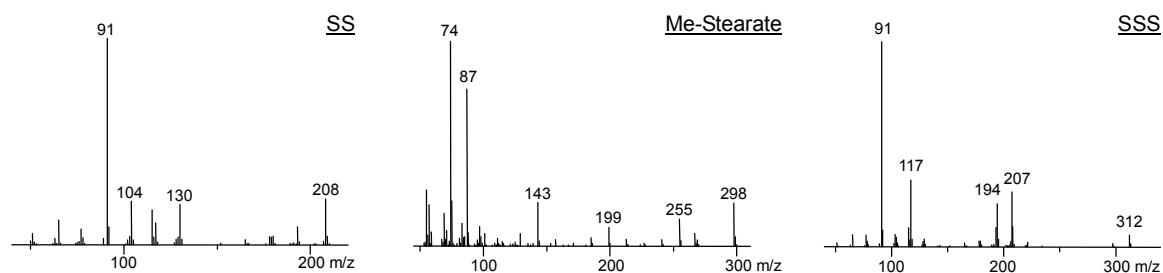


Fig. 8.2 パイログラムの再現性の保証

消耗部品リスト

名 称	部品番号	単位	標準価格(円)	備 考
1. 試料カップ及びその関連部品（試料カップは全て特殊不活性化処理済）				
○ エコカップ SF	PY1-EC50F	1 セット	30,000	50 µl, 内径 3.8 mm, 不活性化処理済みステンレス製, 100 個
○ エコカップ LF	PY1-EC80F	1 セット	30,000	80 µl, 内径 3.8, mm, 不活性化処理済みステンレス製, 100 個
○ エコカップ G	PY1-EC50G	1 セット	15,000	50 µl, 内径 3 mm, ガラス製, 石英処理なし, 100 個
エコカップ GQ	PY1-EC50GQ	1 セット	15,000	50 µl, 内径 3 mm, ガラス製, 石英処理済み, 30 個
フロースルーエコカップ SHF	PY1-EC50HF	1 セット	7,200	50 µl, 内径 3.8 mm, 不活性化処理済みステンレス製, 底穴あき, 20 個
フロースルーエコカップ LHF	PY1-EC80HF	1 セット	7,200	80 µl, 内径 3.8 mm, 不活性化処理済みステンレス製, 底穴あき, 20 個
○ エコスティック SF	PY1-ES10F	1 セット	15,000	シングルショット用, 50 本
○ エコスティック DF	PY1-ES20F	1 セット	15,000	ダブルショット用, 50 本
エコスティック GS	PY1-ES10G	1 セット	15,000	シングルショット用(エコカップ G, GQ 用), 50 本
エコスティック GD	PY1-ES20G	1 セット	15,000	ダブルショット用(エコカップ G, GQ 用), 50 本
M エコピックアップ	PY1-EP55F	1 セット	9,500	ステンレス製エコカップ引き上げ具, 5 本
エコピックアップ GF	PY1-EP55GF	1 セット	9,500	エコカップ G/GQ 引き上げ具, 5 本
エコスタンド AL	PY1-EH10AL	1 セット	12,500	エコカップ用スタンド (S, L 共用), 試料のサンプリング時に使用, 5 個
性能確認用ポリスチレン標準試料	PY1-4908	1 セット	4,200	2.5 mg 薄膜, ステアリン酸メチル(5 wt.%)含有, 2 ml バイアル入り
石英ウール	PY1-5111	1 セット	3,400	1 g 入り, 2 本
2. 熱分解加熱炉部				
○ 石英熱分解管 M30	PY1-3018M	1 本	14,700	EGA/PY-3030D 用石英熱分解管
ニードルガイドφ0.8A	PY1-7412	1 個	2,400	液体試料サンプラーのマイクロシリンジ挿入部
M セブタム	PY1-2025	1 袋	1,100	液体試料サンプラー用, シリコンゴム(淡黄色), 20 個
M オーリング(P-6W)	PY1-2017	1 袋	3,700	石英熱分解管シール用, EGA/PY-3030D 用, 白色シリコンゴム, 20 個
M オーリング(P-12)	PY1-7811	1 袋	2,100	サンプラーベース(サンプラー取り付け部)用, 黒色, 10 個
3. 接続部品				
M ITF ユニオン N	PY1-3513	1 個	19,000	EGA/PY-3030D 標準部品, 不活性化処理済
ITF ユニオン N 組	PY1-3515	1 組	26,500	ITF ユニオン N, ITF ニードル N(2 本)とナットのセット
M ITF ユニオン ASN	PY1-3533	1 個	28,000	オートショット・サンプラー対応, EGA/PY-3030D 用, 不活性化処理済
蓄熱アダプターキット 3030SA	PY1-3551	1 式	16,000	固定ネジ付き, EGA/PY-3030D 用, Agilent7890/6890, 島津 GC-2010/17A 兼用
蓄熱アダプターキット 3030PE	PY1-3552	1 式	16,000	固定ネジ付き, EGA/PY-3030D 用, PE Auto system/Clarus GC 用
ニードルナット	PY1-3512	1 袋	2,100	インターフェースニードル N 固定用ナット, 3 個
○ ニードルセット N	PY1-1274	1 組	12,600	不活性化ニードル, 3 本入り (2 つの横穴)
○ グラファイトベスベルフェラル	PY1-7911	1 袋	14,700	6 mm, PY1-3513 用, 5 個
M 入出口パッキン	PY1-2028	1 袋	1,100	配管用, シリコンゴム(淡黄色), 穴あき, 20 個
4. GC 関係部品				
○ セブタム	PY1-7301	1 袋	3,500	Agilent 7890/6890 用, 熱分解専用, 5 個入り, 表面特殊処理済
○ セブタム	PY1-7304	1 袋	4,000	島津製 GC 注入口用, 熱分解専用, 5 個入り, 表面特殊処理済
○ ガラスインサート(ウール入り)	PY1-3337	1 本	5,800	Agilent 7890/6890 注入口用, 不活性化処理済, 不活性化処理済石英ウール入り
石英インサート	PY1-3361	1 本	21,000	Agilent 7890/6890 注入口用, 高度不活性化処理済
グラファイトオーリング	PY1-2202	1 本	6,300	Agilent 7890/6890 注入口インサート用, 高温用, 3 個
吸着トラップセット 17SV	PY1-2227	1 セット	15,800	島津製 GC-17A/14A, GC-2010 スプリットベント用
M 吸着トラップ管	PY1-2216	1 セット	6,600	活性炭充てん済みトラップ管のみ, 全機種共用, 3 本
GC/MS コネクターキット	PY1-2210	1 セット	24,200	磁場型 MS への金属キャピラリーカラムの接続キット
ベントフリーGC/MS アダプターキット-50	MS402180	1 式	128,000	VF 抵抗管 A-50 (2 セット), VF ホルダー (1 個), カラムナット(2 個), VF ホルダー固定具(1 個), VF メタルフェラル D(10 個), プラグナット A(1 個) の 1 式、アジレント社、島津製作所社、日本電子社用
ベントフリーGC/MS アダプターキット-70	MS402190	1 式	128,000	VF 抵抗管 A-70(2 セット), VF ホルダー(1 個), カラムナット(2 個), VF ホルダー固定具(1 個), VF メタルフェラル D(10 個), プラグナット A(1 個) の 1 式、サーモフィッシャー社用
ベントフリーGC/MS アダプターキット-70PE	MS402195	1 式	128,000	VF 抵抗管 A-70PE (2 セット), VF ホルダー (1 個), カラムナット(2 個), VF ホルダー固定具(1 個), VF メタルフェラル D(10 個), プラグナット A(1 個) の 1 式、パーキンエルマー社用
VF 抵抗管 A-50	MS402159	1 セット	35,000	VF 抵抗管 0.15 mm id, 50 cm 1 本, VF メタルフェラル D 1 個, VF ナット B 1 個
VF 抵抗管 A-70	MS402191	1 セット	35,000	VF 抵抗管 0.15 mm id, 70 cm 1 本, グラファイトベスベルフェラル 1 個, 1/16 ナット(ステンレス)1 個、サーモフィッシャー社用
VF 抵抗管 A-70PE	MS402196	1 セット	35,000	VF 抵抗管 0.15 mm id, 70 cm 1 本, VF メタルフェラル D 1 個, VF ナット B 1 個、パーキンエルマー社用
VF ナット B	MS402286	1 セット	15,000	VF インターフェースフェラル用ナット, 3 個
○ VF メタルフェラル D	MS402167	1 セット	22,000	VF 抵抗管とカラムの接続用, 20 個
○ カラムナット	MS604234	1 個	2,100	カラムナット
EGA チューブ	UADTM-2.5N	1 本	22,000	発生ガス分析用不活性金属キャピラリー管(Ultra ALLOY 2.5 m, 内径 0.15 mm, ケージ付き)

Appendix-1

名 称	部品番号	単位	標準価格(円)	備 考
5. 試料サンプラー部品				
M カップチャック	PY1-1345	1 個	6,800	ダブルショット, シングルショット試料サンプラー共用, 1 個
チャックカナグ	PY1-1342	1 個	10,300	ダブルショット, シングルショット試料サンプラー共用, 1 個
チャックベースフィクスチャー	PY1-3573	1 本	3,200	チャックベース取り外し / 取り付け工具
M オーリング P-3	PY1-2112	1 袋	4,400	ダブルショットサンプラーのパージパルプ用, 20 個
6. マジックケミソーパー (固相抽出素子)				
マジックケミソーパーS500	PY1-MC01S	1 組	36,800	100%メチルシリコン, 膜厚 500 μm, 長さ 6 mm, 10 個
マジックケミソーパーS500 キット	PY1-MC01S-K	1 式	15,800	エコスティック DF 5 本, マジックケミソーパーS500 3 個, フロースルーエコカップ LHF 5 個
マジックケミソーパーL500	PY1-MC01L	1 組	36,800	100%メチルシリコン, 膜厚 500 μm, 長さ 30 mm, 5 個
マジックケミソーパーL500 キット	PY1-MC01L-K	1 式	37,800	エコスティック DF 5 本, マジックケミソーパーL 500, 3 個, マジックケミソーパーL 用保護管, 2 個
マジックケミソーパーL100	PY1-MC02L	1 組	36,800	100%メチルシリコン, 膜厚 100 μm, 30 mm, 5 個
マジックケミソーパーL100 キット	PY1-MC02L-K	1 式	37,800	エコスティック DF 5 本, マジックケミソーパーL 100, 3 個, マジックケミソーパーL 用保護管, 2 個
マジックケミソーパーSL キット	PY1-MC01SL-K	1 式	36,800	マジックケミソーパーS500、L500、L100、各 2 個
マジックケミソーパー保護管	PY1-MCP01	1 組	22,100	マジックケミソーパーL 用保護管, 3 個
7. マイクロパンチャー (薄片試料を簡単迅速に円形に切り出してサンプリングできる道具)				
マイクロパンチャー075S	FMP-0.75S	1 組	10,000	試料切り出しサイズ 0.75 mmΦ, グリーン, 3 本, カッティングマット L1 枚
マイクロパンチャー125S	FMP-1.25S	1 組	10,000	試料切り出しサイズ 1.25 mmΦ, レッド, 3 本, カッティングマット L1 枚
マイクロパンチャー200S	FMP-2.00S	1 組	10,000	試料切り出しサイズ 2.00 mmΦ, グレイ, 3 本, カッティングマット L1 枚
マイクロパンチャー03 キット	FMP-03KIT	1 組	25,000	マイクロパンチャー (内径 0.75、1.25、2.0)各 3 本, カッティングマット L 2 枚
マイクロパンチャー050S	HMP-0.50S	1 組	10,000	試料切り出しサイズ 0.50 mmΦ, ライトブルー, 3 本, カッティングマット L1 枚
マイクロパンチャー300S	HMP-3.00S	1 組	10,000	試料切り出しサイズ 3.00 mmΦ, ネイビー, 3 本, カッティングマット L 1 枚
マイクロパンチャー400S	HMP-4.00S	1 組	10,000	試料切り出しサイズ 4.00 mmΦ, ブラウン, 3 本, カッティングマット L1 枚
マイクロパンチャー500S	HMP-5.00S	1 組	10,000	試料切り出しサイズ 5.00 mmΦ, オレンジ, 3 本, カッティングマット L1 枚
マイクロパンチャー04 キット	HMP-04KIT	1 組	25,000	マイクロパンチャー(内径 3.0、4.0、5.0)各 3 本, カッティングマット L 2 枚
カッティングマット L	FCM-6577	1 組	9,500	カッティングマット L, 65x75mm, 5 枚組み
8. 消耗品セット(約 1 年分)				
消耗品セット 3030D (EGA/PY-3030D)	PY-K303D	1 組	208,000	エコカップ SF, 100 個, エコカップ LF, 100 個, エコスティック SF, 50 本, エコスティック DF, 50 本, エコスタンド AL, 5 個, 石英熱分解管 M30, 4 本, ニードルセット N, 8 本, 6 mm グラファイトベスベルフェラル, 8 個, エコピックアップ F, 5 本, セブタム(液体試料サンプラー用), 10 個
消耗品セット 3030S (PY-3030S 用)	PY-K303S	1 組	208,000	エコカップ SF, 100 個, エコカップ LF, 100 個, エコスティック SF, 100 本, エコスタンド AL, 5 個, 石英熱分解管 M30, 4 本, ニードルセット N, 8 本, 6 mm グラファイトベスベルフェラル, 8 個, エコピックアップ F, 5 本, セブタム(液体試料サンプラー用), 10 個
9. その他				
ポリマープレッパ	PY1-7510	1 組	17,900	Py-GC, FT-IR, XRD 測定などに用いるプラスチック試料の微粉末化に使用, 3 本, クリーニングテープ(2 m)1 巻付き
クリーニングテープ	PY1-7515	1 組	6,800	ポリマープレッパ用クリーニングテープ(2 m), 3 巻

弊社のホームページにて消耗部品の写真が確認できますので、併せてご利用下さい。

部品名称に○印を付記したものは、日常のメインテナンスに必要な消耗部品です。

部品名称に M 印を付記したものは、定期的なメインテナンス時(半年から 1 年)に交換することをお勧めします。

価格と仕様は予告なく変更になることがありますので、ご発注の際は、弊社代理店にお問い合わせください。

この価格は予告なく変更することがございます。

パイロライザーの主要消耗部品

パイロライザーの主要消耗部品の名称（部品番号、入り数）を Fig. A.1 に示します。

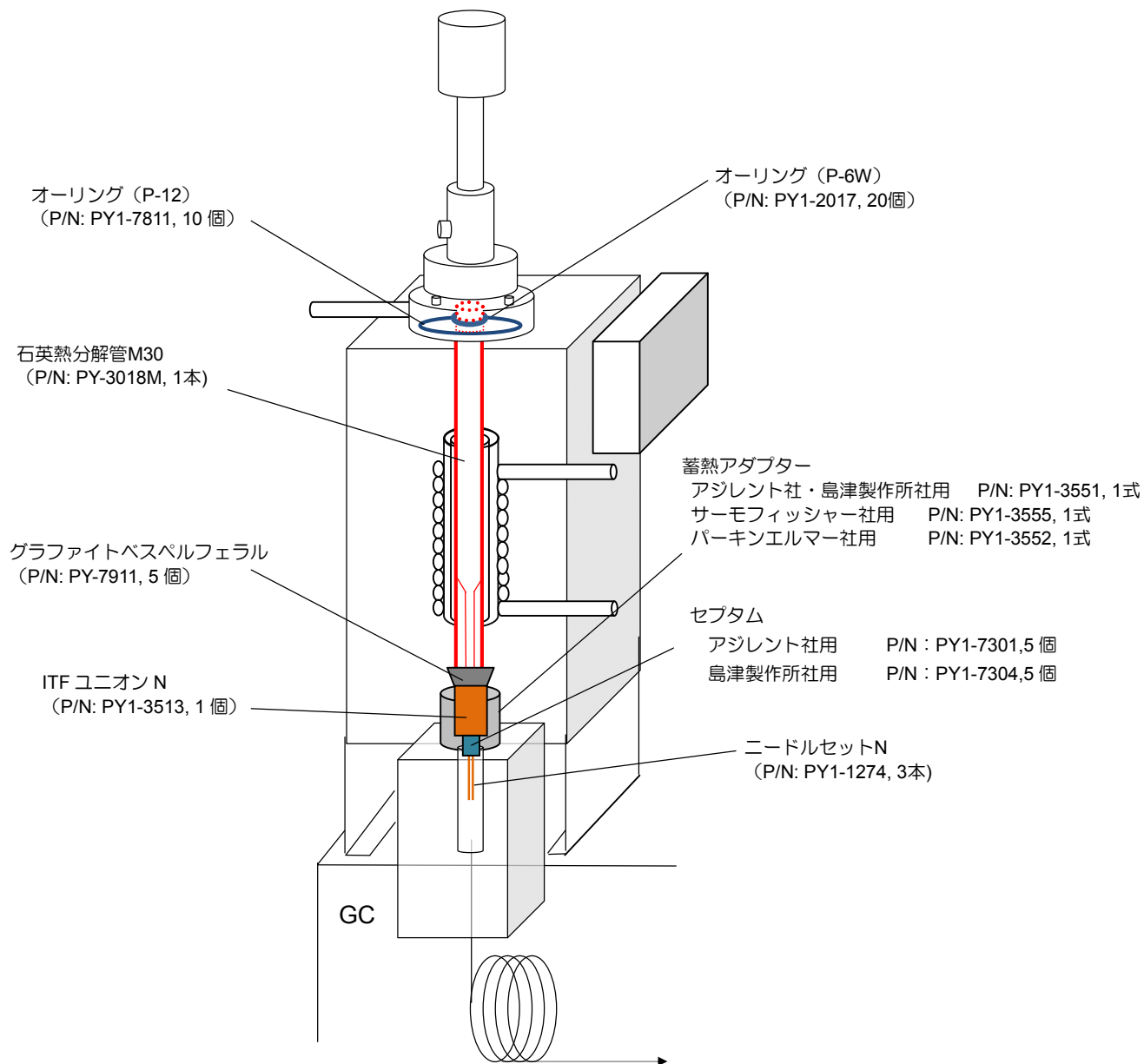


Fig. A.1 パイロライザーの主要消耗部品

オプション製品一覧

弊社ダブルショット・パイロライザー又はシングル・ショットパイロライザーを、より便利にかつ効率よくご使用いただける様に、各種オプション製品を取り揃えております。詳しい内容については、弊社販売代理店又は弊社あてにお問い合わせ下さい。

製品番号	製品名称	製品概要
PY-1010E	選択的試料導入装置 (SS-1010E)	熱分解装置からの発生ガスの任意温度画分をカラム入口部でのガス差圧を利用して分離カラムに導入する装置。マルチショット・パイロライザーと組み合わせて使用することにより、最多 8 温度画分までの自動分析が可能。
PY-1020E	オートショット・サンプラー (AS-1020E)	ダブルショット/シングルショット・パイロライザー用オートサンプラー。最大 48 試料の連続分析が可能。
PY-1030Ex	マイクロジェット・クライオトラップ (MJT-1030Ex)	GC 高温槽内に位置する分離カラムの入り口部分を局部的に液体窒素のジェット流で冷却し、C4 以上の成分をトラップし、その後急速に加熱が可能なクライオトラップ。
PY-1035E	マイクロジェット・クライオトラップ (MJT-1035E)	マイクロジェット・クライオトラップ (MJT-1030Ex) の基本性能に加え、ページ&トラップ、ヘッドスペースサンプラー、パイロライザー等の各種前処理装置と組み合わせて使用でき、独立制御が可能。
PY-1047Xe	マイクロ UV 照射装置 Xe (UV-1047Xe)	高分子材料の光・熱・酸化劣化の迅速な分析を可能にし、材料設計・開発・耐久性等の評価に強力なダブルショットパイロライザーの付属装置。
PY-1050Ex	キャリアーガス切換え装置 (CGS-1050Ex)	空気などの活性ガス中での熱分解あるいは加熱反応分析をする場合にヘリウムガスとの切換えを容易にするための装置。
PY-1110E-141	F-Search Ver.3.4 オールインワン (ポリマー発生ガス/パイログラム MS ライブラリー、添加剤ライブラリー、熱分解生成物ライブラリー)	MS を検出器に用いた EGA サーモグラムとパイログラムからのポリマー/添加剤の検索が可能。アジレント、島津製作所、日本電子各社 GC/MS データ及び AIA フォーマットに対応。700 種類のポリマー検索用ライブラリー2 種、165 種類のポリマーの熱分解生成物検出用ライブラリー、及び 358 種類の添加剤とその熱分解生成物検出用ライブラリーを含む。
PY-1111E-141	F-Search 検索ソフトウェア Ver.3.4	ライブラリーを利用するための検索ソフトウェア(必須)。
PY-1112E-141	EGA-MS14B ライブラリー	発生ガス MS ライブラリー。700 種類のポリマーのサーモグラムと平均 MS スペクトルを収録。
PY-1113E-141	PyGC-MS14B ライブラリー	Py-GC/MS ライブラリー。700 種類のポリマーのパイログラムと積算合算 MS スペクトルを収録。
PY-1114E-131	ADD-MS13B ライブラリー	ポリマーに用いられる添加剤を登録したライブラリー。358 種類の添加剤のパイログラムと、添加剤及びその熱分解生成成分の MS スペクトルを約 3,400 収録。
PY-1115E-131	Pyrolyzate-MS13B ライブラリー	165 種類のポリマーの熱分解生成物の MS スペクトルを約 3,200 収録。
PY-K303D	消耗部品セット 3030D	マルチショット・パイロライザーで使用する主な消耗部品約 1 年分をセットにした製品。
PY-K313D	消耗部品セット 3030AS	EGA/PY-3030D 用。オートショット・サンプラーを使用する場合の主な消耗部品約 1 年分をセットした製品。
PY1-2210	GC/MS コネクターキット	Ultra ALLOY 金属キャピラリーカラムを磁場型 MS での使用を可能とする、熔融シリカのキャピラリーチューブとの接続キット。Q-Pole 型 MS には不用。
MS402180	ベントフリーGC/MS アダプターキット -50 (アジレント社、島津製作所社、日本電子社 MS 用)	MS 検出器を大気開放させることなく分離カラムや EGA チューブの交換が容易に可能。大幅な作業時間の短縮になる。
MS402190	ベントフリーGC/MS アダプターキット -70 (サーモフィッシャーMS 用)	
MS402195	ベントフリーGC/MS アダプターキット -70PE (パーキンエルマーMS 用)	
	Ultra ALLOY 金属キャピラリーカラム	熔融シリカキャピラリーカラムと比べて、機械的強度、耐熱性、耐汚染性に優れる。